



Impact du sur-vieillissement métallurgique sur le comportement et la durabilité du nouveau superalliage pour disque de turbine René 65

Aude Laurence

► To cite this version:

Aude Laurence. Impact du sur-vieillissement métallurgique sur le comportement et la durabilité du nouveau superalliage pour disque de turbine René 65. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2016. Français. NNT : 2016ESMA0006 . tel-01371652

HAL Id: tel-01371652

<https://theses.hal.science/tel-01371652>

Submitted on 26 Sep 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE

Pour l'obtention du Grade de
DOCTEUR DE L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DE MÉCANIQUE
ET D'AÉROTECHNIQUE

(Diplôme National - Arrêté du 7 août 2006)

École doctorale :
Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique
Secteur de recherche : Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

Présentée par :
Aude LAURENCE

Impact du sur-vieillissement métallurgique sur le comportement et la durabilité du nouveau superalliage pour disque de turbine René 65

Directeur de thèse **P. VILLECHAISE**
Co-encadrants de thèse **J. CORMIER**
T. BILLOT

Soutenue le 24 juin 2016

JURY

J. DOUIN	Directeur de recherche CNRS, CEMES, Toulouse	Président
D. POQUILLON	Professeur, ENSIACET, CIRIMAT, Toulouse	Rapporteur
J-H. SCHMITT	Professeur, Ecole Centrale, MSSMat, Paris	Rapporteur
T. BILLOT	Expert Matériaux & Procédés, Snecma (SAFRAN), Colombes	Examineur
N. BOZZOLO	Professeur, MINES ParisTech, CEMEF, Sophia Antipolis	Examineur
J. CORMIER	Maître de Conférences, ISAE-ENSMA, Institut P', Poitiers	Examineur
P. VILLECHAISE	Directeur de Recherche CNRS, Institut P', Poitiers	Examineur

TABLE DES MATIÈRES

Table des notations	v
Introduction générale	ix
I Matériau, contrôle des microstructures et procédures expérimentales	1
Introduction	5
I.1 Matériau étudié : le René 65	7
I.1.1 Les atouts des superalliages base Nickel	7
I.1.2 Le René 65	9
I.1.3 Relations entre les traitements thermiques et la microstructure	13
I.1.4 Caractérisation métallurgique de l'alliage à réception	22
I.2 Traitements thermiques réalisés	39
I.2.1 Sur-vieillissement thermique sur la microstructure	39
I.2.2 Réalisation de microstructures académiques	39
I.3 Essais mécaniques	42
I.3.1 Prélèvement des éprouvettes dans la couronne de référence	42
I.3.2 Essais de fluage	43
I.3.3 Essais de fatigue oligocyclique, fatigue-fluage et traction	44
I.3.4 Étalonnage de la température	46
II Caractérisation du sur-vieillissement microstructural du René 65	51
Introduction	55
II.1 Le sur-vieillissement métallurgique dans les superalliages base Nickel	57
II.1.1 Sur-vieillissement à l'échelle granulaire	58
II.1.2 Sur-vieillissement à l'échelle de la précipitation	59
II.1.3 Phases intermétalliques Topologiquement Compactes (TCP)	64
II.2 Le sur-vieillissement thermique dans le René 65	67

II.2.1	À l'échelle granulaire	67
II.2.2	À l'échelle de la précipitation intragranulaire	71
II.2.3	Précipitation de phases TCP	75
II.3	Méthodologie permettant de découpler les effets du vieillissement thermique statique sur les propriétés mécaniques	84
II.3.1	Principe de la méthode	84
II.3.2	Relation entre \dot{T}_c et $\phi_{\gamma'_{II}}$	85
II.3.3	Synthèse	96
III Répercussions du sur-vieillissement métallurgique sur les propriétés mécaniques à 700°C		103
	Introduction	107
III.1	Influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques : éléments bibliographiques	109
III.1.1	Mécanismes de déformation dans les superalliages durcis par précipitation	109
III.1.2	Influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques	116
III.1.3	Influence de la précipitation intragranulaire sur les propriétés mécaniques	123
III.1.4	Influence de la précipitation de particules TCP sur les propriétés mécaniques	128
III.2	Influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques du René 65	130
III.2.1	Traction monotone	131
III.2.2	Impact de la croissance des précipités γ' sur les propriétés en fluage à 700°C	134
III.2.3	Impact de la croissance des précipités γ' sur les propriétés en fatigue-temps de maintien à 700°C	144
III.2.4	Impact des particules TCP sur les propriétés en fluage à 700°C	153
III.3	Discussion	170
III.3.1	Impact des microstructures granulaire et de précipitation sur les propriétés mécaniques	170
III.3.2	Impact des particules TCP sur les propriétés mécaniques	176
III.4	Synthèse	182
IV Discussion		191
	Introduction	195
IV.1	Quelles sont les répercussions du chargement mécanique sur les cinétiques de croissance des précipités γ' intragranulaires?	197
IV.2	Quel est l'impact des particules TCP sur les mécanismes de déformation en fluage à 700°C?	199
IV.2.1	Mise en œuvre	199
IV.2.2	Les particules TCP sont-elles des sources de dislocations?	200

IV.2.3 Observations des différents mécanismes de déformation à cœur et aux joints de grains	203
IV.3 Pourquoi les particules TCP précipitent-elles préférentiellement autour des précipités γ'_I et aux joints de grains ?	209
IV.3.1 Caractérisation des gradients chimiques dans l'état de référence . . .	209
IV.3.2 Caractérisation des gradients chimiques dans l'état vieilli 500h à 800°C	211
IV.4 Quelles sont les répercussions des particules TCP sur l'endommagement en fluage à 700°C ?	217
IV.4.1 La ségrégation de molybdène favorise-t-elle le glissement intergranulaire ?	218
IV.4.2 Les particules TCP sont-elles fragiles à 700°C ?	221
IV.5 Synthèse et discussion	223
Conclusions et perspectives générales	237
Annexes	243
A Techniques expérimentales : de la préparation des échantillons et des observations au traitement d'images	245
A.1 Préparation des échantillons et des éprouvettes	247
A.2 Observations des échantillons/éprouvettes par microscopie électronique à balayage	247
A.3 Quantification de la précipitation des γ' et des TCP par analyse d'images . .	248
B Essais mécaniques complémentaires	255
B.1 Essais mécaniques sur la matière traitée <i>supersolvus</i>	257
B.1.1 Essais de fluage à 700°C	257
B.1.2 Essais de fatigue-temps de maintien à 700°C	258
C Sur-vieillissements complémentaires	261

TABLE DES NOTATIONS

γ	Matrice
γ'_I	Précipités γ' primaires
γ'_{II}	Précipités γ' secondaires
γ'_{III}	Précipités γ' tertiaires
CFC	Cubique à Faces Centrées
TCP	Topologically Closed-Pack Phase
σ, μ	Phases TCP
GG	Gros Grains
GF	Grains Fins
TTh	Traitement thermique
T_{solvus}	Température de solvus de la phase γ'
T_{fusion}	Température de fusion du matériau
MS	Mise en Solution
\dot{T}_c	Vitesse de refroidissement ("cooling")
TET	Turbine Entry Temperature
MEB	Microscopie Electronique à Balayage
FEG	Field Emission Gun
MET	Microscopie Electronique en Transmission
EDSX	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy
EBSD	Diffraction des électrons rétrodiffusés
BSE	Électrons rétrodiffusés (Backscattered electrons)
SEI	Électrons secondaires (Secondary electrons)
$F_{surfacique}$	Fraction surfacique
$F_{volumique}$	Fraction volumique
$\Phi_{\gamma'}$	Diamètre des précipités γ'
$L_{couloir}$	Largeur de couloir de matrice
δ	Misfit/désaccord paramétrique de maille γ/γ'
L	Longueur
Φ	Diamètre
h	Hauteur
N_R	Nombre de cycles à rupture
$t_{\sigma max}$	Temps cumulé à contrainte maximale
Δt	Temps de maintien à contrainte maximale
A%	Allongement à rupture
ASTM	American Society for Testing and Materials
VIM	Vacuum Induction Melting
VAR	Vacuum Arc Remelting
LVDT	Linear Variable Displacement Transducer

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Le 24 septembre 1974, General Electric Aviation et Snecma s'unissent pour créer, conjointement, un nouveau turboréacteur à fort taux de dilution, le CFM56. Le 17 mars 1977, le premier avion équipé du CFM56-2 décolle à Mérignac. Ce moteur, issu du réacteur General Electric F101, a été initialement conçu pour motoriser les McDonnell Douglas DC-8.

Dès lors, les performances de ce turboréacteur n'ont cessé d'être optimisées. Ainsi, le CFM56 est devenu le fleuron du savoir-faire Snecma/General Electric avec plus de 27800 moteurs en service à l'heure actuelle, équipant une large gamme d'avions civils moyen courrier (Boeing 737, Airbus A319, A320 etc).

Dans les années 2000, le domaine de l'aéronautique en Europe prend un tournant avec la publication en janvier 2001 du rapport "European Aeronautics : A vision for 2020" et la création de l'ACARE (Advisory Council for Aeronautics Research in Europe). L'objectif premier de l'ACARE est de diffuser à ses 40 membres une stratégie de recherche, afin de répondre aux attentes du public vis-à-vis de ce mode de transport.

C'est dans le cadre du consortium CFM international, réunissant en juillet 2008 le groupe Safran (union entre le groupe Snecma et Sagem) et General Electric, qu'un accord a été renouvelé afin de concevoir une nouvelle génération de turboréacteurs destinés à remplacer la famille des CFM56, tout en respectant les objectifs environnementaux fixés par l'ACARE.

Ces nouveaux turboréacteurs LEAP (Leading Edge Aviation Propulsion) sont conçus afin de réduire la consommation spécifique de 16%, de diminuer les émissions de CO_2 et de NO_x de 16% et 50% respectivement, et de réduire le niveau sonore du moteur de 15 dB. Tous ces objectifs environnementaux s'accompagnent également d'un meilleur rendement du moteur et ont pour conséquence l'augmentation des températures de fonctionnement des parties chaudes des turboréacteurs, dont les disques de turbines (Figure 1.a).

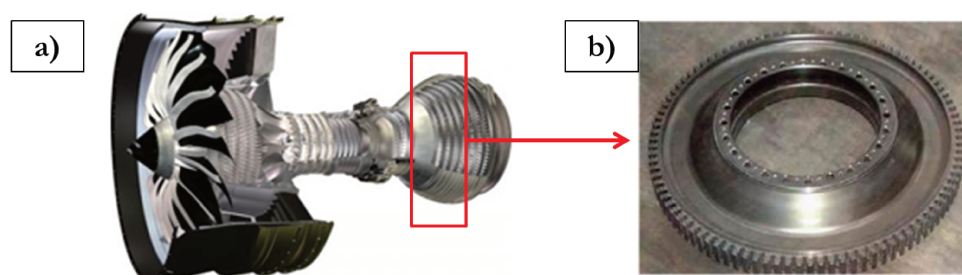


Figure 1 – Vue en coupe d'un turboréacteur LEAP (a) dans lequel les disques de turbines basse-pression (BP) sont encadrés en rouge. Un exemple de disque de turbine est proposé en (b).

Les disques de turbine BP sont situés en aval de la chambre de combustion (Figure 1.a) et de la turbine HP. Ils entraînent le compresseur BP et la soufflante via les arbres de turbine et de compresseur. Par conséquent, ils sont soumis à des sollicitations thermo-mécaniques sévères en raison des hautes températures des gaz issus de la chambre de combustion, des vibrations, de la force centrifuge, et des différentes phases de vol. En effet, les disques de

turbine subissent à la fois :

- des sollicitations dépendantes du temps telles que le fluage et la fatigue-temps de maintien au niveau de la couronne, à des températures avoisinant 700°C.
- des sollicitations cycliques au niveau de l'alésage résultant des chargements et déchargements au cours des phases transitoires de vol. La température au niveau de l'alésage peut varier, quant à elle, de 300°C à 500°C.

Grâce à leurs excellentes propriétés mécaniques à hautes températures, les superalliages base nickel sont des matériaux de choix pour répondre à ces exigences. Les développements de leurs compositions chimiques ainsi que de leurs procédés d'élaboration ont contribué à l'optimisation des cycles de fonctionnement des turboréacteurs ces dernières années.

Jusqu'à présent, l'Inconel 718 était majoritairement utilisé pour la fabrication des disques de turbine BP. Il s'agit d'un superalliage base nickel $\gamma/\gamma'/\gamma''$, majoritairement durci par la phase γ'' , élaboré par voie coulée forgée, dont la température de fonctionnement maximale continue est de l'ordre de 650°C. Or, avec les objectifs de rendement amélioré et de diminution des émissions de polluants des nouveaux moteurs LEAP, une température de l'ordre de 700-750°C peut être rencontrée de manière transitoire en périphérie des disques. Par conséquent, il est nécessaire de se tourner vers d'autres superalliages base nickel, plus stables et plus résistants sous ces températures plus élevées. Le René 65 fait partie de ces superalliages.

Le René 65, développé par General Electric et Allvac à partir de 2006, est un superalliage polycristallin γ/γ' élaboré par voie coulée-forgée. Cet alliage a été développé sur la base du René 88DT, élaboré par la métallurgie des poudres, afin de réduire les coûts d'élaboration et de conversion. Ce superalliage a été choisi pour remplacer l'Inconel 718 car la phase durcissante γ' est plus stable en température que la phase γ'' .

Bien que stable à haute température, les gradients de composition chimique dans l'alliage et les sollicitations thermo-mécaniques subies lors des cycles de vol vont contribuer à l'évolution dans le temps des différents paramètres microstructuraux (distributions des précipités γ' , précipitation de particules intermétalliques, etc...). Ces paramètres ayant un impact sur les caractéristiques mécaniques, il est donc essentiel de bien comprendre leur contribution dans le cadre du dimensionnement des pièces.

Ainsi, l'objet de cette thèse est d'étudier et d'analyser les relations entre les évolutions de microstructure au cours des traitements thermiques initiaux de l'alliage ou lors du survieillissement métallurgique ainsi que leur(s) impact(s) sur les propriétés mécaniques du René 65.

L'impact de ces traitements thermiques de mise en solution et de revenu sur la microstructure des superalliages en général, est bien connu (bibliographie détaillée en chapitre I). Toutefois, le sur-vieillissement des disques de turbine en service est plus complexe, car il

dépend à la fois des conditions de sollicitations (température et contrainte) ainsi que de la stabilité chimique de l'alliage.

Le sur-vieillissement thermique du René 65 conduit à deux principales évolutions microstructurales : (i) les précipités intragranulaires durcissants γ' grossissent avec le temps et la température du vieillissement, et (ii) des phases intermétalliques TCP peuvent précipiter simultanément aux joints de grains dans certaines conditions.

L'impact du grossissement des précipités γ' intragranulaires sur les propriétés mécaniques des superalliages est un phénomène connu. Cependant, l'impact des particules intermétalliques, lorsqu'elles précipitent au cours du sur-vieillissement, divise la communauté scientifique. En effet, ces deux phénomènes étant indissociables, certains auteurs affirment que l'abatement des propriétés mécaniques n'est dû uniquement qu'au grossissement des précipités γ' alors que d'autres confèrent à ces particules intermétalliques un rôle non négligeable.

Ainsi les objectifs de cette thèse sont multiples.

Le premier consiste à caractériser la stabilité à long terme de la microstructure du René 65 en établissant un diagramme Temps-Température-Transformation des particules intermétalliques ainsi que la loi de croissance des précipités intragranulaires γ' .

Le deuxième objectif est de caractériser l'impact des évolutions microstructurales induites par le sur-vieillissement thermique sur les propriétés mécaniques (traction, fluage, fatigue, fatigue-temps de maintien) à haute température. Une méthodologie a ainsi été mise en place afin de découpler les effets du grossissement des précipités γ' et de la précipitation de particules intermétalliques sur les propriétés mécaniques. Enfin le dernier objectif consiste à comprendre et analyser l'impact du sur-vieillissement sur les mécanismes de déformation et d'endommagement et à trancher sur le fait que la précipitation des phases TCP a un impact intrinsèque sur les propriétés mécaniques.

Ce manuscrit se décompose ainsi en 4 chapitres de la manière suivante :

- Le chapitre I rappelle dans un premier temps les caractéristiques typiques des superalliages base nickel : chimie, élaboration, paramètres microstructuraux. Un état de l'art des différents mécanismes de précipitation/dissolution de la phase γ' a été dressé pour mettre en évidence les relations complexes entre traitements thermiques et microstructures. Dans un second temps, une présentation de l'alliage étudié dans cette thèse sera réalisée. L'état de réception de chaque approvisionnement matière sera présenté et caractérisé, tant à l'échelle de la précipitation qu'à l'échelle granulaire. Enfin, les procédures de traitements thermiques et d'essais mécaniques mises en œuvre dans le cadre de cette thèse seront détaillées en fin de chapitre.
- Dans le deuxième chapitre, une synthèse bibliographique décrit le phénomène de sur-vieillissement métallurgique des superalliages base nickel opérant lors de longues

phases d'exposition à hautes températures. Les évolutions microstructurales propres au René 65 sont ensuite évaluées au travers de multiples traitements thermiques spécifiques. La compréhension des relations entre les traitements thermiques et la microstructure a permis de développer une méthodologie spécifique pour découpler les effets propres de chaque paramètre microstructural, et ainsi évaluer leur impact intrinsèque sur les propriétés mécaniques.

- Les répercussions du sur-vieillissement métallurgique sur les propriétés mécaniques du René 65 seront analysées dans le chapitre III après un état de l'art sur ce qui a déjà été étudié dans d'autres superalliages base nickel. L'application de la méthodologie évoquée ci-dessus permet de mettre en évidence le rôle intrinsèque des particules intermétalliques sur les propriétés mécaniques du René 65.
- Le chapitre de synthèse fournit un éclairage plus poussé des conditions favorisant l'apparition des phases intermétalliques étudiées, ainsi que de l'impact de ces particules sur les mécanismes de déformation et les processus d'endommagement en fluage.

CHAPITRE

I

MATÉRIAU, CONTRÔLE DES
MICROSTRUCTURES ET
PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

Sommaire

Introduction	5
I.1 Matériau étudié : le René 65	7
I.1.1 Les atouts des superalliages base Nickel	7
I.1.2 Le René 65	9
I.1.3 Relations entre les traitements thermiques et la microstructure	13
I.1.4 Caractérisation métallurgique de l'alliage à réception	22
I.2 Traitements thermiques réalisés	39
I.2.1 Sur-vieillissement thermique sur la microstructure	39
I.2.2 Réalisation de microstructures académiques	39
I.3 Essais mécaniques	42
I.3.1 Prélèvement des éprouvettes dans la couronne de référence .	42
I.3.2 Essais de fluage	43
I.3.3 Essais de fatigue oligocyclique, fatigue-fluage et traction . .	44
I.3.4 Étalonnage de la température	46

Introduction

Ce chapitre introduit les principales caractéristiques des superalliages base nickel avant de présenter celles spécifiques au René 65, à savoir sa composition chimique, les procédés d'élaboration mis en œuvre ainsi que sa microstructure. Une étude bibliographique explique ensuite les relations entre les traitements thermiques et la microstructure métallurgique des superalliages base nickel au sens large. Par la suite, les traitements thermiques de mise en forme du René 65 et les caractéristiques métallurgiques qui en résultent sont présentés et analysés, tant en termes de taille de grains qu'en termes de distribution de précipitation.

Puis, les procédures expérimentales de traitements thermiques sont détaillées afin d'expliquer les différentes microstructures académiques générées dans cette thèse.

Enfin, les procédures expérimentales liées aux divers essais mécaniques réalisés dans ce travail de thèse sont détaillés.

I.1 Matériau étudié : le René 65

I.1.1 Les atouts des superalliages base Nickel

Un des critères essentiel dans le contrôle des performances des turbines à gaz est la température d'entrée TET (Turbine Entry Temperature) des gaz issus de la chambre de combustion. En effet, le rendement du moteur est d'autant plus fort que la TET est élevée. Ainsi, depuis le premier turboréacteur conçu par Wittle en 1940, les entreprises aéronautiques n'ont cessé d'améliorer ces performances notamment via l'augmentation de la TET d'environ 700°C en 60 ans [Reed, 2006]. Une augmentation de la TET permet également de réduire l'émission de NO_x et de baisser la consommation spécifique.

Par conséquent, les matériaux constituant les disques de turbine doivent présenter de très bonnes propriétés mécaniques à hautes températures. À l'heure actuelle, seuls les superalliages base nickel répondent à ce cahier des charges. En effet, une des propriétés remarquable de ces alliages est qu'ils conservent de bonnes propriétés mécaniques jusqu'à des températures proches de leur point de fusion. Ils présentent également une excellente résistance aux sollicitations de type fatigue, fluage et fatigue-fluage sur de longues périodes, et ce, dans un environnement particulièrement corrosif et oxydant.

Depuis 1940, beaucoup d'efforts ont été consacrés à l'optimisation de la composition chimique des superalliages ainsi qu'à la mise au point de nouveaux procédés d'élaboration et de traitements thermomécaniques afin d'améliorer leur tenue mécanique à haute température. La Figure I.1 montre l'évolution de la résistance au fluage des superalliages issus des différentes voies d'élaboration au cours des dernières décennies.

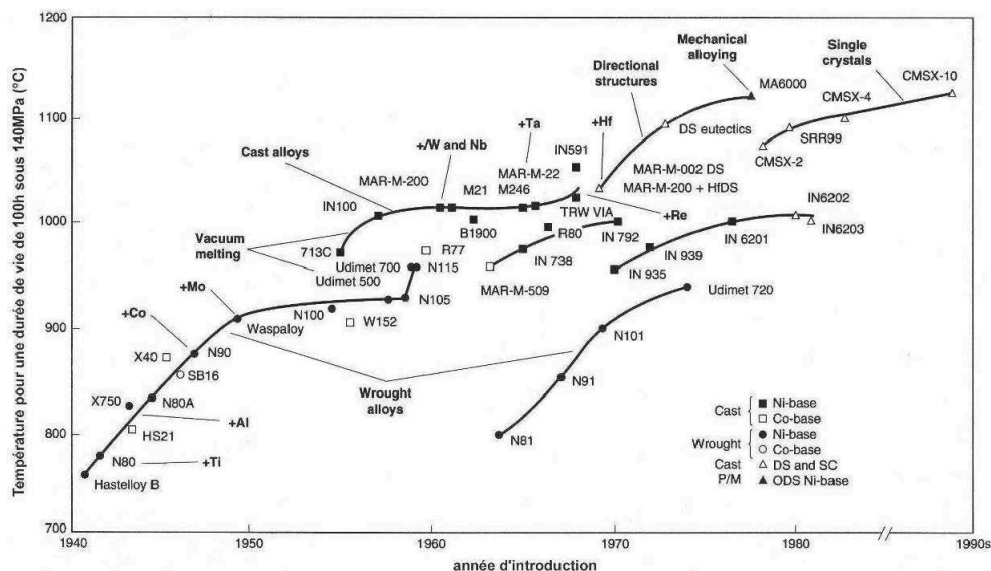


Figure I.1 – Évolution de la tenue en fluage des superalliages en fonction de la température depuis 1940 [ASTM, 1997].

L'emploi du nickel comme élément d'alliage principal pour les superalliages n'est pas anodin. En effet, le nickel présente plusieurs avantages liés à sa structure cristallographique

Cubique à Faces Centrées (CFC) [Reed, 2006] :

- Il est à la fois résistant mécaniquement et ductile grâce à une très forte énergie cohésive liée au remplissage des sous couches électroniques d.
- Il conserve sa structure cristallographique (CFC) de la température ambiante à sa température de fusion (1455°C). Cela signifie qu'il n'y a pas de transformation de phase à chaud qui pourraient conduire à des expansions/contractions du matériau.
- Les faibles vitesses de diffusion dans les structures de type CFC lui confèrent une très grande stabilité à haute température.

De plus, le nickel a l'avantage d'être moins coûteux et moins dense que d'autres éléments ayant la même structure tels que le palladium ou le cobalt.

Depuis les années 1960, l'Inconel 718 est le superalliage base nickel le plus couramment utilisé dans les parties chaudes des turboréacteurs [Schafrik *et al.*, 2001]. Le succès de ce matériau réside dans ses bonnes propriétés mécaniques à chaud, sa bonne forgeabilité et son coût de fabrication modéré. Néanmoins, sa température maximale de fonctionnement pour de longues durées n'excède pas 650°C. En effet, au-delà de cette température, de longues expositions conduisent à la dissolution de la principale phase durcissante γ'' de l'alliage et/ou à sa transformation en phase δ [Jouiad *et al.*, 2016]. Ainsi, une chute considérable des propriétés mécaniques de l'alliage est observée au-delà de 670-680°C [Whittenberger, 1987] [Radavich, 1992] [Molins *et al.*, 1991]. L'augmentation des températures de fonctionnement des disques de turbine à gaz a conduit à l'élaboration de superalliages plus résistants durcis par la phase $\gamma'(Ni_3Al)$ qui est plus stable en température. Ces superalliages γ/γ' peuvent être mis en forme soit par la voie coulée forgée qui demeure la plus pratiquée à ce jour, soit par la voie métallurgie des poudres. Cette dernière permet, entre autres, d'augmenter les teneurs en aluminium et titane et par conséquent la fraction volumique de la phase γ' jusqu'à 50-60% ainsi que la vitesse de solidification. Les alliages obtenus par cette voie présentent une microstructure granulaire très fine avec une résistance mécanique souvent plus élevée que pour les alliages coulés forgés (figure I.2). Cependant, les matériaux issus de cette voie de mise en forme ont une température de mise en solution de la phase γ' plus élevée, ce qui rend leur élaboration difficile et très coûteuse. Enfin, les pores et les particules de céramique introduites lors des différentes phases d'élaboration et du compactage des poudres ont été identifiés comme étant des lieux privilégiés d'amorçage de fissures en fatigue et fatigue-fluage [Flageolet *et al.*, 2005].

En conclusion, les alliages issus de la voie métallurgie des poudres, comme le René 88DT et le René 104, possèdent les propriétés mécaniques souhaitées, mais le coût de mise en forme très élevé les pénalise. C'est pourquoi, de nombreux efforts ont été faits pour continuer à développer des superalliages coulés forgés plus stables en température que l'Inconel 718 et relativement faciles à mettre en forme. Ainsi, de nouveaux matériaux ont récemment été éla-

borés, tels que l'Inconel 718Plus® (ATI) [Dempster *et al.*, 2005] [Kennedy, 2005], l'AD730TM (Aubert&Duval) [Devaux *et al.*, 2012] et le René 65 (ATI) [Bond *et al.*, 2014] [Heaney *et al.*, 2014].

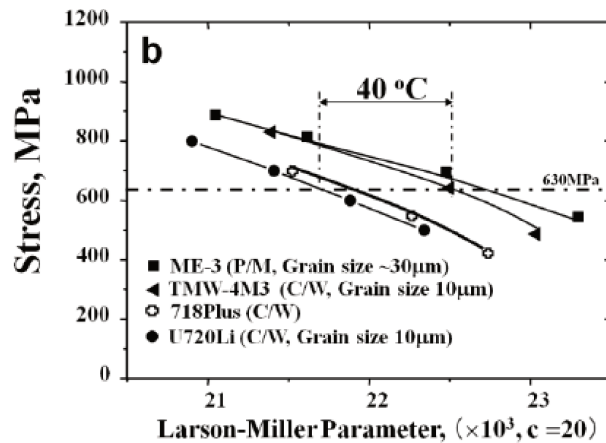


Figure I.2 – Comparaison des propriétés en fluage d'alliages coulés forgés (TMW-4M3, 718Plus, U720Li) et issu de la voie métallurgie des poudres (ME-3) [Gu *et al.*, 2012] dans un diagramme de Larson-Miller.

I.1.2 Le René 65

I.1.2.a Mise en forme

Le René 65 a été développé conjointement par General Electric Aviation et ATI Specialty Materials à partir du René 88DT, alliage issu de la voie métallurgie des poudres. Ce matériau est quant à lui élaboré par voie coulée forgée, selon le processus classique VIM-ESR-VAR (Vacuum Induction Melting - Electroslag Remelting - Vacuum Arc Remelting) décrit schématiquement ci-dessous Figure I.3.

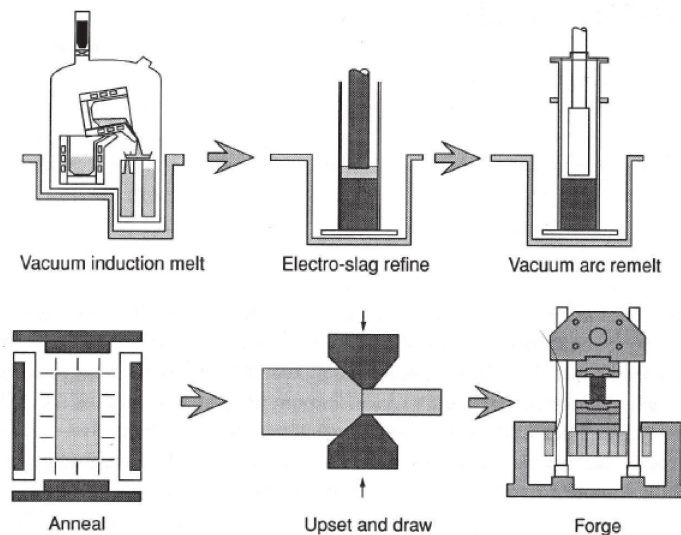


Figure I.3 – Procédé d'élaboration VIM-ESR-VAR avant forgeage [Bond *et al.*, 2014] [Heaney *et al.*, 2014].

La première étape consiste à réaliser une coulée par induction sous vide (VIM) dans un

creuset afin d'obtenir l'alliage de base. Cependant, les transferts de chaleur durant la solidification étant limités par la faible conductivité de la coulée, le lingot est sujet à la formation de défauts de solidification (cavités, macro ségrégations...). C'est pourquoi, des étapes de refusion sous laitier (ESR) et sous vide (VAR) sont nécessaires pour affiner la structure de solidification et homogénéiser la composition chimique de l'alliage [Pollock et Tin, 2006].

Le lingot subit ensuite plusieurs séquences de forgeage à chaud pour homogénéiser la microstructure et mettre en forme la billette. Pour s'assurer que la matière ainsi élaborée réponde aux spécifications microstructurales et mécaniques, un tronçon de billette est forgé sous forme de pancake puis traité thermiquement. Des plaquettes sont ensuite prélevées dans la billette pour s'assurer de l'homogénéité chimique et microstructurale sur l'ensemble de la billette. Divers contrôles sont également effectués pour détecter d'éventuels défauts.

I.1.2.b Composition chimique du René 65

Les excellentes propriétés mécaniques à hautes températures du René 65 proviennent notamment des éléments réfractaires ajoutés lors de son élaboration. La composition chimique en pourcentage massique est donnée ci-dessous (Tableau I.1). Seules les teneurs en Fe, Zr, B ainsi que celle en C (non reportée dans le tableau pour des raisons de confidentialité) ont été ajustées afin de permettre une élaboration du René 65 par voie coulée forgée, ainsi que d'éventuelles élaborations incluant le recyclage d'autres nuances.

	Ni	Cr	Mo	W	Co	Fe	Nb	Ti	Al	Zr	B
René 88DT	Bal	16	4	4	13	-	0,7	3,7	2,1	-	0,015
René 65	Bal	16	4	4	13	1	0,7	3,7	2,1	0,05	0,016

Tableau I.1 – Composition chimique en pourcentage massique du René 65

Ces éléments réfractaires vont, soit contribuer au renforcement de la matrice (phase austénitique γ), soit favoriser la précipitation de la phase durcissante γ' . Leur influence sur la stabilité des phases qui constituent les superalliages base nickel dépend fortement de leur position dans la classification périodique (Figure I.4).

Ainsi, ces éléments d'alliage peuvent être catégorisés selon leur fonction :

- Le cobalt (Co), le fer (Fe), le chrome (Cr), le molybdène (Mo) et le tungstène (W) vont contribuer à stabiliser la matrice γ . Leur rayon atomique est proche de celui du nickel (Ni).
- Le chrome est généralement connu pour améliorer la résistance à la corrosion.
- Le molybdène améliore les caractéristiques mécaniques (à hautes températures et

à l'ambiante) en contribuant au renforcement des phases γ et γ' [Ter-Ovanessian, 2011].

- L'aluminium (Al) et le titane (Ti) vont quant à eux former la phase γ' et donc stabiliser les propriétés mécaniques à hautes températures.
- L'aluminium a également un rôle primordial dans la protection contre l'oxydation.
- Le cobalt aurait un effet stabilisant pour la phase γ' également, et conduirait à une meilleure tenue en fluage [Zhong *et al.*, 2011].
- Le bore (B), le carbone (C), et le zirconium (Zr) se répartissent davantage aux joints de grains car leur rayon atomique est très différent de celui du Ni [Reed, 2006]. Jain *et al.* ont montré que le B et le Zr améliorent la tenue en fatigue de l'Udimet 720Li [Jain *et al.*, 2000]. En faible quantité, ils améliorent la ductilité des joints de grains. Cependant, si la teneur en B et en C est trop élevée ($\geq 0,2\%$ massique pour le C par exemple), ils favorisent la précipitation de carbures et de borures qui peuvent être bénéfiques ou néfastes selon leur morphologie, leur taille et le type de sollicitation mécanique considéré [Kontis *et al.*, 2014].

IIA	IIIA	IVB							
	B 0.097	C 0.077							
	Al 0.143		IVA	VA	VIA	VIIA	VIIIA	VIIIA	VIIIA
		Ti 0.147	V 0.132	Cr 0.125		Fe 0.124	Co 0.125	Ni 0.125	
	Y 0.181	Zr 0.158	Nb 0.143	Mo 0.136		Ru 0.134			
		Hf 0.159	Ta 0.147	W 0.137	Re 0.138				

γ' former
 Minor alloying additions
 γ former

Figure I.4 – Éléments d'alliage présents dans les superalliages base Nickel [Pollock et Tin, 2006].

De plus, le René 65 contient un peu de fer contrairement au René 88DT, ce qui facilite sa forgeabilité. Selon Heaney *et al.*, sa plage de forgeabilité se situerait entre 1038°C et 1079°C [Heaney *et al.*, 2014].

I.1.2.c Microstructure métallurgique

La microstructure métallurgique du René 65 est composée :

- d'une matrice austénitique γ , de structure cubique à faces centrées (CFC). Il s'agit d'une solution solide désordonnée composée essentiellement de Ni, Co, Cr, Mo, W.

- de précipités γ' , de type $Ni_3(Al,Ti)$, de structure ordonnée $L1_2$ avec une maille élémentaire représentée en Figure I.5.

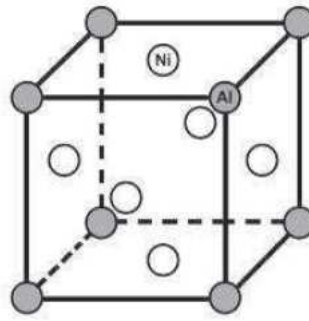


Figure I.5 – Structure cristallographique de la phase γ' .

La structure biphasée γ/γ' est stable, notamment à haute température, grâce à la cohérence des précipités γ' avec la matrice (ce qui se traduit par un faible écart de paramètre de maille δ). En agissant comme des obstacles aux mouvements des dislocations, ces précipités sont à l'origine du durcissement structural des superalliages base nickel.

Cette phase γ' , dont la fraction volumique à l'équilibre avoisine 40% dans le René 65, se décompose en deux populations de particules (voir paragraphe I.1.4). Lors du développement du René 65, l'objectif initial était de diminuer le taux de phase durcissante pour améliorer la forgeabilité de l'alliage en sacrifiant quelque peu la résistance mécanique à chaud ¹.

- de carbures/nitrures de titane et de borures [Heaney *et al.*, 2014]. En effet, les teneurs en carbone et en azote, bien que très faibles, sont suffisantes pour que ces atomes se combinent avec des éléments très réactifs tels que le titane pour former, lors de la coulée, des carbures primaires très stables de type MC. Au cours des phases ultérieures de vieillissement, des carbures dits secondaires notamment de type $M_{23}C_6$ et M_6C peuvent se former au niveau des joints de grains à partir du carbone résiduel qui y est ségrégué. Le bore quant à lui se combine avec des éléments tels que le chrome ou le molybdène pour former des borures aux joints de grains.

Wlodek *et al.* ont établi un diagramme Temps-Température-Transformation des différentes phases susceptibles de précipiter au sein du René 88DT (Figure I.6). D'après ce diagramme TTT, non seulement des borures et des carbures de type M_3B_2 et $M_{23}C_6$ précipitent après une exposition prolongée à 760°C, mais c'est aussi le cas de la phase μ [Wlodek *et al.*, 1996]. Étant donné que le René 65 est un superalliage très proche du René 88DT au niveau de la composition chimique, on pourra se poser la question de savoir si des phases TCP de type μ (ou autres) sont susceptibles de précipiter lors de sur-vieillissements thermiques dans le René 65 et si oui, quelles en sont les conséquences sur les propriétés mécaniques de fluage et fatigue-fluage. Ceci sera analysé au Chapitre II de ce manuscrit.

1. La fraction volumique de phase γ' est de 42,5% dans le René 88DT [Wlodek *et al.*, 1996].

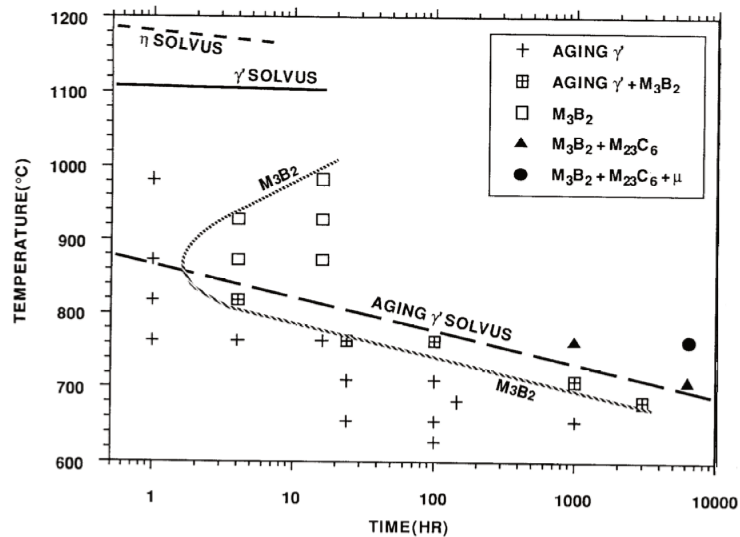


Figure I.6 – Diagramme TTT du René 88DT [Wlodek *et al.*, 1996].

I.1.3 Relations entre les traitements thermiques et la microstructure

Au cours du processus d'élaboration des superalliages base nickel, les étapes de traitements thermiques ont lieu sur les composants bruts de forge, juste avant l'usinage final des pièces.

À ce stade, le brut de forge contient des précipités γ' mais ces derniers ne sont pas répartis de manière homogène dans la matrice et n'ont pas les tailles et fractions volumiques optimales. Les traitements thermiques décrits ci-dessous de manière générale vont apporter les propriétés mécaniques souhaitées au brut de forge. Ils se composent d'une mise en solution (MS) suivi d'un refroidissement contrôlé et d'un ou plusieurs revenu(s) (Figure I.7). On distingue les mises en solution "*supersolvus*" qui conduisent à des microstructures à gros grains de celles "*subsolvus*" qui conservent une taille de grains fine.

Le traitement thermique standard du René 65 traité "*subsolvus*" sera détaillé paragraphe I.1.3.d.

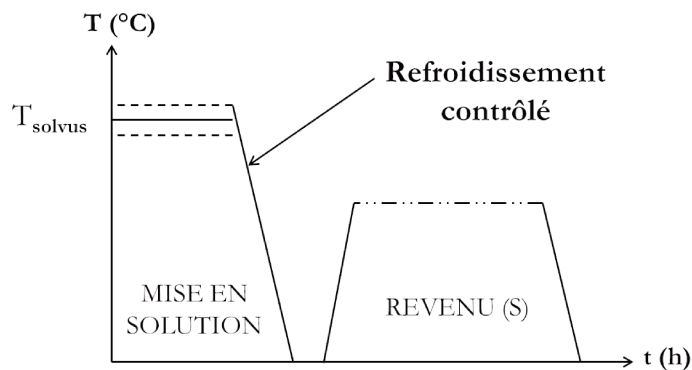


Figure I.7 – Traitement thermique standard des superalliages base Nickel : Mise en solution suivi d'un ou plusieurs revenu(s).

I.1.3.a La température de mise en solution

La première étape de mise en solution (MS) consiste en un palier réalisé à une température T donnée pendant un temps t . La température de MS est choisie en fonction de la température de solvus de la phase durcissante γ' , qui est elle-même intrinsèquement liée à la chimie de l'alliage. Selon les propriétés mécaniques souhaitées, la température de MS sera soit *subsolvus* ($T < T_{solvus}$) soit *supersolvus* ($T_{solvus} < T < T_{fusion}$).

Les conséquences sur la microstructure seront alors différentes :

- Une MS *subsolvus* aura pour but de ne dissoudre d'une partie des précipités γ' présents dans le composant brut de forge.
- Une MS *supersolvus* de quelques minutes seulement [Mao *et al.*, 2001] conduira à la dissolution complète de la phase γ' .

La température ou la durée du temps de palier sont déterminés en fonction du niveau de dissolution de la phase γ' souhaité (Figure I.8), la phase γ' restante contrôlant la croissance de grain dans la plupart des superalliages durcis par phase γ' .

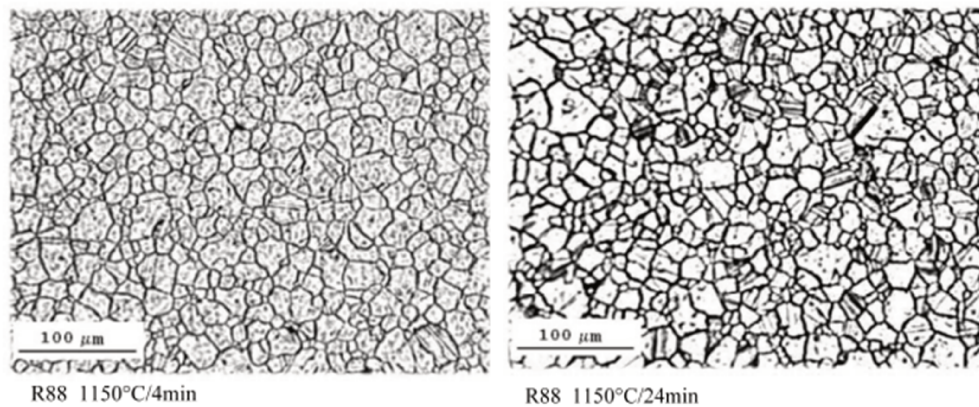


Figure I.8 – Impact du temps de palier sur la taille de grains pour une mise en solution *supersolvus* sur le René 88DT [Mao *et al.*, 2002].

Dans les superalliages base nickel, plusieurs populations de précipités γ' coexistent au sein de la matrice. Ces différents précipités sont distinguables selon leur taille, leur morphologie, leur fraction volumique et selon les moments à partir desquels ils se forment au cours du traitement thermique. Même si les terminologies associées à ces précipités ne sont pas universelles, les précipités de plus grande taille sont généralement appelés primaires " γ'_I ". Dans la présente étude, ces derniers se forment aux joints de grains.

Lors d'une mise en solution *subsolvus*, ces γ'_I non dissous vont ralentir ou bloquer la croissance des grains (effet Zener pinning). Par conséquent, une mise en solution *subsolvus* conduira à l'obtention d'une microstructure granulaire fine. À l'inverse, une structure granulaire à gros grains sera obtenue après une MS *supersolvus* puisque tous les précipités (y compris les γ'_I) seront dissous, libérant les joints de grains.

Ainsi, l'étape de mise en solution impacte la fraction volumique, la répartition spatiale des γ'_I , et par voie de conséquence, la taille de grains. De plus, elle modifie l'état de saturation

en éléments γ' -gènes (Al et Ti) dans la matrice selon le niveau de dissolution (complète ou partielle) des précipités γ' .

En conclusion, l'étape de mise en solution sert à homogénéiser la chimie de l'alliage, à contrôler la croissance des grains et à optimiser la distribution de la phase γ' .

I.1.3.b Le refroidissement post mise en solution

Au-delà de la taille de grains, les propriétés mécaniques des superalliages base nickel reposent sur la composition, la morphologie et les distributions spatiales et en tailles des précipités γ' . Ces paramètres essentiels peuvent être contrôlés, en partie, au cours du refroidissement post mise en solution.

Germinations multiples au cours du refroidissement post MS

La précipitation de plusieurs populations de particules γ' au cours d'un refroidissement continu post MS ou d'un revenu isotherme est attribuée à des germinations multiples à différentes températures inférieures à T_{solvus} .

À partir d'observations réalisées sur le René 88DT traité thermiquement, Singh *et al.* ont proposé un mécanisme permettant d'expliquer ces processus [Singh *et al.*, 2013]. Ainsi, après une MS *supersolvus* et un refroidissement lent, trois populations de particules sont observables (Figure I.9). Dans l'étude de Singh *et al.*, les terminologies associées à ces précipités dépendent du moment à partir duquel ils se sont formés. Après une MS *supersolvus*, les γ' intergranulaires ont été complètement dissous. C'est pourquoi les premiers γ' intragranulaires à précipiter dans l'étude de Singh *et al.* sont nommés γ'_I .

Dans ce manuscrit, les γ' intergranulaires seront nommés γ'_I , et les γ' intragranulaires seront nommés par ordre de nucléation au cours du refroidissement post MS.

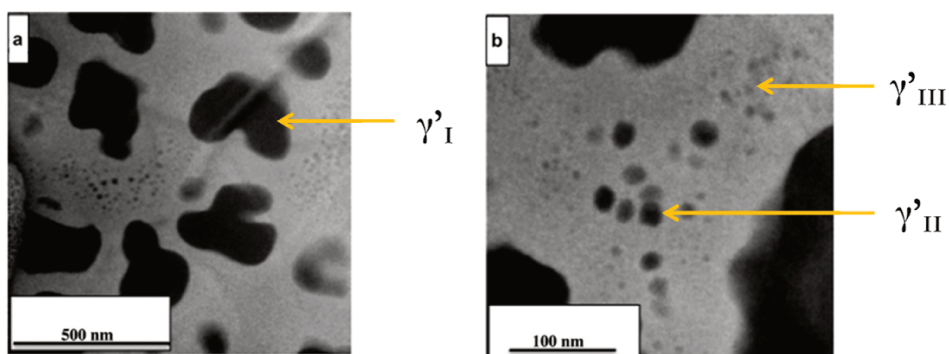


Figure I.9 – Microstructure du René 88DT après un traitement thermique de 1150°C/30min/24°C.min⁻¹ [Singh *et al.*, 2013].

Ces germinations multiples résultent d'une interaction entre une augmentation continue de la force motrice de nucléation et le rapide déclin de la diffusivité des éléments d'alliages lorsque la température chute.

Ainsi, au cours du refroidissement post MS, lorsque la température est inférieure à la température de solvus des γ' , la force motrice de nucléation est alors élevée, ce qui conduit à la

formation des premiers précipités γ'_I au sein de la matrice. Des zones déplétées en éléments γ' -gènes (c'est-à-dire Al et Ti) et enrichies en éléments stabilisateurs de la matrice (Co et Cr) se forment autour de ces premiers précipités γ'_I . La forte diffusivité des éléments d'alliage à cette température conduit à une répartition des éléments entre la matrice γ et les γ'_I . Ainsi ces derniers grossissent et changent de morphologie.

Cependant, la température diminuant, la diffusion des éléments d'alliage est de plus en plus ralentie. À cause des faibles coefficients de diffusion à basse température de certains éléments, les taux d'Al et de Ti augmentent loin des précipités γ'_I alors que les taux de Co et de Cr diminuent (Figure I.10a). Cela conduit à des couloirs supersaturés en Al et Ti qui favorisent de nouveaux sites de nucléation potentiels (la force motrice augmentant).

Par conséquent, une deuxième population de particules – nommés précipités γ'_{II} – précipitent au sein de la matrice. Néanmoins, la température à ce stade est trop basse pour permettre une grande diffusivité des éléments γ' -gènes, ce qui les empêche de croître autant que les précipités γ'_I . Leur croissance s'arrête lorsque leurs champs de diffusion se chevauchent [Christian, 2002]. Grâce à un faible écart paramétrique δ avec la matrice et une forte énergie interfaciale isotrope, les précipités γ'_{II} restent sphériques. La matrice est alors déplétée en Al et Ti, mais enrichie en Cr et Co. Ainsi, à cette température, la région proche des précipités γ'_{II} présente une très faible force de nucléation (Figure I.10b).

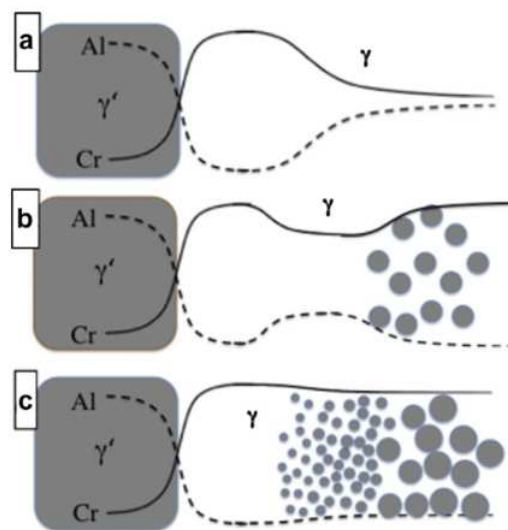


Figure I.10 – (a-c) Schéma illustrant les germinations successives de γ' au cours d'un refroidissement lent dans le René 88DT [Singh *et al.*, 2013].

À ce stade, comme l'illustre la Figure I.10b, la matrice n'est pas tout à fait à l'équilibre chimique entre les γ'_{II} et au niveau des zones de déplétion entourant les précipités γ'_I , conduisant à une légère sursaturation en Al et Ti. À plus basse température, cette légère sursaturation combinée à une force motrice de nucléation augmentant peut conduire, si on lui laisse le temps, à la précipitation d'une troisième génération de précipités γ'_{III} (Figure I.10c). La supersaturation en éléments étant très limitée à ce stade, et les cinétiques étant assez faibles, les précipités γ'_{III} ne peuvent croître autant que les précipités γ'_{II} .

Influence de la vitesse de refroidissement sur l'écart paramétrique $\delta_{\gamma/\gamma'}$

Après un traitement thermique *supersolvus* dans le René 88DT, Singh *et al.* ont étudié l'évolution de la microstructure au cours d'un refroidissement post MS (24°C/min) via des analyses *in-situ* de diffraction par rayons X. Ils ont montré que les pics $I(001)_{\gamma'}$ et $I(111)_{\gamma'+\gamma}$ (correspondants respectivement au plan (001) de la phase γ' et au plan (111) du "composite" $\gamma + \gamma'$) augmentaient en intensité et se translaient progressivement lorsque la température diminuait au cours du refroidissement (Figure I.11). Cela indiquerait une diminution des paramètres de maille a_{γ} et $a_{\gamma'}$ du fait d'une contraction thermique et de la redistribution des éléments entre ces deux phases.

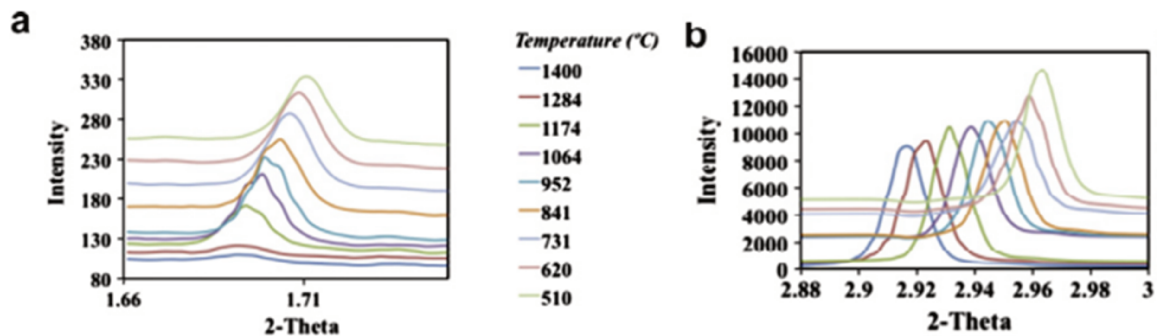


Figure I.11 – Changement progressif de l'intensité a) du super-réseau $(001)_{\gamma'}$ et b) des réflexions fondamentales (111) des phases γ et γ' en fonction de la température au cours du refroidissement post MS dans le René 88DT [Singh *et al.*, 2013].

Cependant, comme les paramètres de maille n'évoluent pas de manière égale, le désaccord paramétrique δ entre ces deux phases, défini par l'équation (III.2.3.a), augmente lorsque la température diminue. Ceci est en accord avec une autre étude réalisée sur le René 88DT [Tilley *et al.*, 2009] ou sur le RR1000 [Mitchell *et al.*, 2008].

$$\delta = \frac{2(a_{\gamma'} - a_{\gamma})}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}} \quad (\text{I.1})$$

Le désaccord paramétrique traduit la cohérence entre la matrice et les précipités. La morphologie des précipités est ainsi susceptible de changer en fonction de la valeur de δ .

De plus, en traçant le rapport $I(001)_{\gamma'}/I(111)_{\gamma'+\gamma}$ en fonction de la température, il est possible de mettre en évidence les différentes germinations de précipités au cours du refroidissement post MS. L'augmentation de ce rapport est directement proportionnel à la fraction volumique de la phase γ' (Figure I.12).

Ainsi l'augmentation de la valeur algébrique de δ au cours du refroidissement – traduisant une perte de cohérence des précipités vis-à-vis de la matrice – indique que les morphologies, les fractions volumiques et la chimie des précipités évoluent pendant ce refroidisse-

ment plus ou moins rapide.

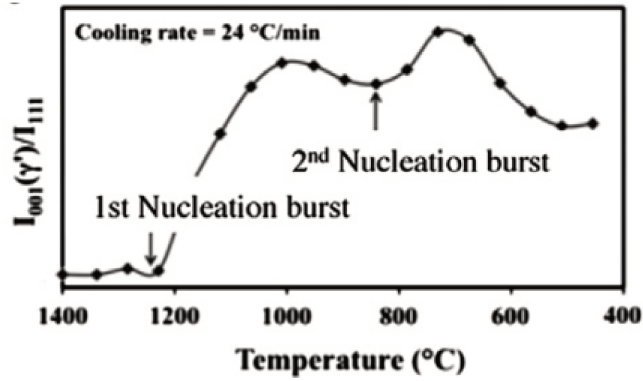


Figure I.12 – Mise en évidence des nucléations successives au cours du refroidissement en traçant le rapport $I(001)_{\gamma'}/I(111)$ en fonction de la température [Singh *et al.*, 2013].

Influence de la vitesse de refroidissement sur les γ' intragranulaires

Mao *et al.* ont mis en évidence l'impact de la vitesse de refroidissement post MS *supersolvus* (\dot{T}_c) sur la taille des précipités γ' dans le René 88DT (Figure I.13). Une vitesse de refroidissement élevée conduit à la précipitation d'une importante fraction de petits γ' intragranulaires, du fait d'une grande sursaturation en éléments γ' -gènes dans la matrice. Dans le René 88DT, la taille des γ' intragranulaires est fonction de la vitesse de refroidissement selon une relation puissance telle que $\phi_{\gamma'} = 0,6267(\dot{T}_c)^{0,4655}$.

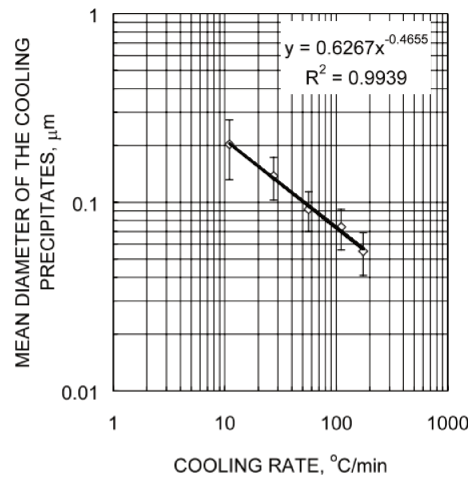


Figure I.13 – Diamètre moyen des précipités γ' en fonction de la vitesse de refroidissement post MS à 1150°C/5min [Mao *et al.*, 2002].

Dans leur étude, une vitesse de refroidissement entre 11 et 167°C/min conduit à une précipitation monomodale de γ'_{II} intragranulaires, dont la morphologie évolue de sphérique à cubique lorsque la vitesse diminue. Une étude similaire conduite par Vaunois *et al.* dans l'U720Li a montré qu'après une mise en solution *subsolvus* les paramètres de la loi puissance sont plus faibles car la fraction de γ' intragranulaires est plus basse [Vaunois *et al.*, 2010].

Les études conduites par Mitchell *et al.* sur plusieurs superalliages base nickel tels que l'U720Li ou le RR1000 ont abouti à la conclusion que l'augmentation de l'écart paramétrique (lorsque T_c diminue) traduit une évolution de la chimie des précipités [Mitchell *et al.*, 2006]. Ceci rejoint l'étude de Singh *et al.* sur le René 88DT et s'explique par la répartition spatiale des éléments d'alliage tels que l'Al, le Ti, le Cr et le Co entre les différents précipités et la matrice (Figure I.14).

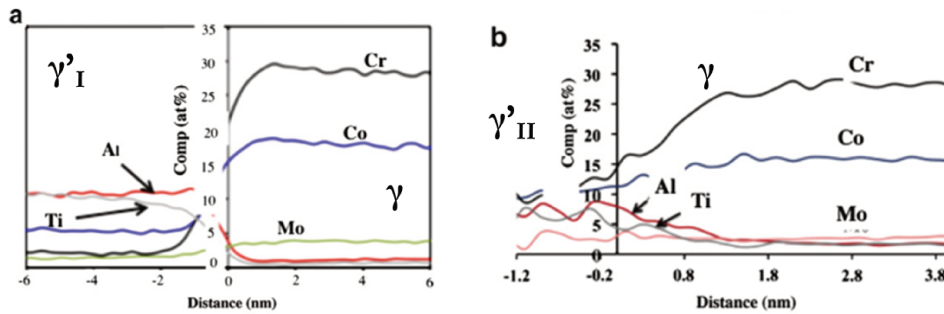


Figure I.14 – Profils de concentration chimique aux interfaces (a) γ'_I/γ et (b) γ'_{II}/γ [Singh *et al.*, 2013].

Il est intéressant de noter que la croissance et l'évolution de la morphologie des précipités intragranulaires impactent également la morphologie des joints de grains. En effet, plusieurs études ont montré que la croissance et la coalescence de "gros" γ' intragranulaires localisés au niveau des joints de grains provoquent la formation de dentelures (Figure I.15.a) [Furrer et Fecht, 2000] [Mitchell *et al.*, 2009]. Ce phénomène n'aurait lieu que si la vitesse de nucléation des précipités est faible et en présence d'une forte supersaturation de la matrice (obtenue avec une MS *subsolvus* ou par un refroidissement lent post MS *supersolvus*) [Danflou *et al.*, 1996]. Ainsi, la formation de joints de grains dentelés est directement liée à la vitesse de refroidissement post MS. Plus cette dernière est lente, plus l'amplitude et la période des dentelures augmentent.

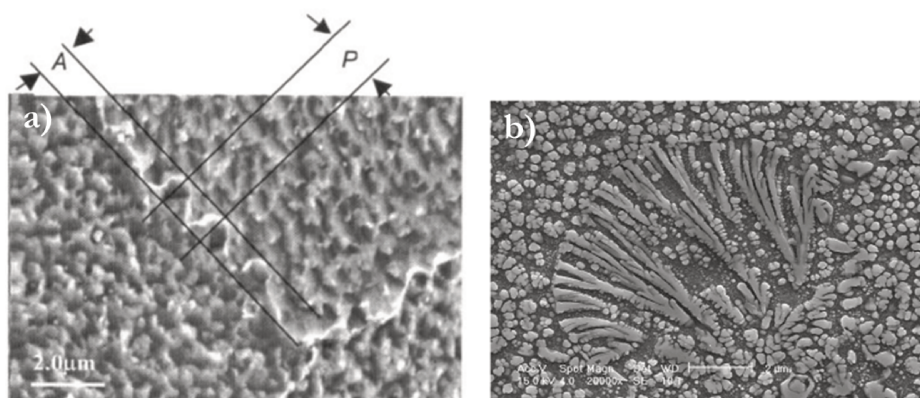


Figure I.15 – (a) Exemple de joints dentelés [Furrer et Fecht, 2000] (b) Exemple de structure de type "fan" [Mitchell *et al.*, 2009].

Comme cela a été mentionné précédemment, au cours de leur croissance, les précipités intragranulaires changent de forme passant d'une morphologie sphérique à une morphologie dendritique quand la vitesse de refroidissement diminue. Les précipités de forme dendri-

tique sont couramment appelés de type "fan" (Figure I.15.b). Ces derniers ne se forment qu'aux joints de grains, particulièrement aux points triples. Leur taille et leur fraction augmentent lorsque la vitesse de refroidissement diminue. Mitchell *et al.* ont montré que leur croissance asymétrique de part et d'autre des joints de grains conduisent à la formation de joints dentelés.

I.1.3.c Le revenu isotherme

Le revenu isotherme (à $T < T_{solvus}$) constitue la dernière étape du traitement thermique conventionnel. Il va permettre d'une part la relaxation des contraintes résiduelles induites lors de la trempe post MS dans des composants aux géométries complexes et d'autre part l'ajustement de la microstructure de précipitation pour obtenir les propriétés mécaniques optimales pour l'application visée.

Connor *et al.* ont montré que le revenu isotherme à 800°C/12h sur le RR1000 conduit à une diminution des paramètres de maille a_γ et $a_{\gamma'}$ et de l'écart paramétrique δ [Connor *et al.*, 2014]. Ces diminutions ne peuvent être uniquement attribuées aux relaxations des contraintes résiduelles. En effet, un changement progressif de la composition chimique entre les deux phases a également lieu, conduisant à des changements en taille et en morphologie des γ' intragranulaires.

Ceci rejoint l'étude de Singh *et al.* précédemment mentionnée sur le René 88DT. Après un revenu à 760°C pendant 15h, les plus petits γ' intragranulaires grossissent et coalescent, alors que les plus gros n'évoluent presque plus (Figure I.16).

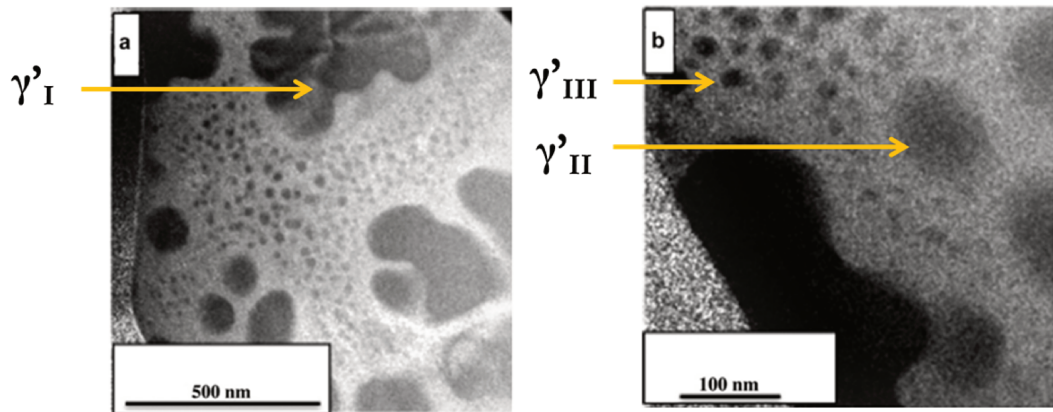


Figure I.16 – Grossissement des plus petits γ' intragranulaires dans le René 88DT après un traitement thermique de 1150°C/30min/24°C.min⁻¹ + 760°C/15h/air [Singh *et al.*, 2013].

De plus, ils ont également constaté que les profils de concentrations chimiques au niveau des zones de déplétion entourant les précipités γ' restent constants, indiquant que la matrice a atteint un équilibre chimique loin de ces zones (Figure I.17). Ainsi, il n'existe plus de sursaturation en Al et Ti (ou sous-saturation en Cr et Co) dans la matrice qui pourrait provoquer une nouvelle vague de nucléation de précipités γ' .

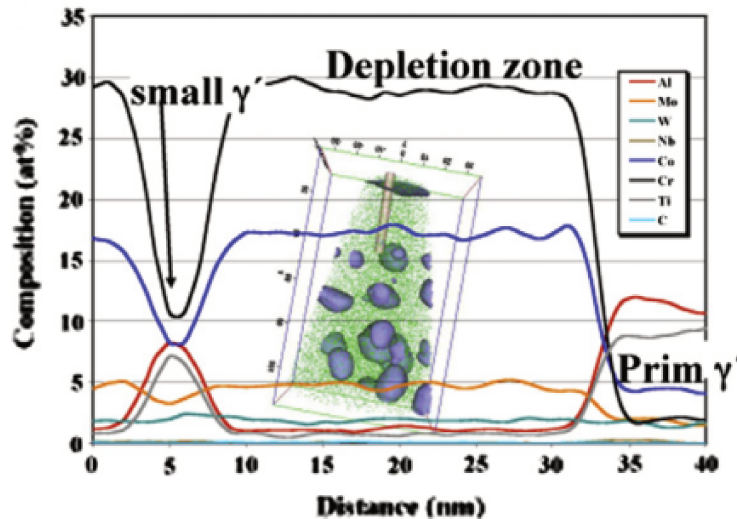


Figure I.17 – Profil de composition chimique d'une zone de déplétion entre un γ'_I et un γ'_{II} [Singh *et al.*, 2013].

Le contrôle de la taille des plus petits précipités γ' intragranulaires est important pour obtenir les propriétés mécaniques souhaitées. Mao *et al.* ont montré que la limite d'élasticité de l'U720Li (à l'ambiante) peut être améliorée de 90 à 130 MPa après un revenu de 24h à 700°C [Mao *et al.*, 2001]. Cela rejoint également l'étude de Vaunois *et al.* qui démontrait que les meilleures propriétés en traction de l'U720Li (à l'ambiante) sont obtenues après un double revenu de 16h à 760°C suivi de 24h à 650°C, et ce, quelle que soit la température de mise en solution (*subsolvus* ou *supersolvus*) [Vaunois *et al.*, 2010]. En effet, avant le revenu, ces γ' ont une taille inférieure à la taille optimale pour freiner le mouvement des dislocations. L'objectif du revenu est donc de les faire grossir jusqu'à cette taille optimale. Si la taille des γ' dépasse cette valeur, l'effet inverse se produit : une chute de la limite d'élasticité est observée.

Ainsi, plus le matériau contient des précipités γ' intragranulaires fins après la MS et la trempe, plus l'augmentation de la limite d'élasticité est importante après le revenu.

Pour conclure, le revenu isotherme permet de faire grossir les petits γ' intragranulaires et de stabiliser les fractions volumiques des différentes populations de γ' . De plus, si la mise en solution est *supersolvus*, il est intéressant de réaliser deux revenus isothermes à des températures différentes afin de :

- faire précipiter des carbures et quelques gros précipités γ' intergranulaires pour renforcer mécaniquement les joints de grains [Pollock et Tin, 2006].
- faire grossir les petits précipités γ' intragranulaires.
- atteindre le plein potentiel de précipitation γ' si le refroidissement post MS était très rapide.

Le tableau I.2 suivant récapitule les différentes options typiques de revenu selon la mise en solution choisie (les températures et durées sont données à titre indicatif) :

Mise en solution	Revenu	Objectifs
Subsolvus	760°C/8h/air	Faire grossir les γ'_{III} Stabiliser la chimie et les fractions
Supersolvus (\dot{T}_c lente)	760°C/8h/air	Faire grossir les γ'_{III} Stabiliser la chimie et les fractions
Supersolvus (\dot{T}_c rapide)	800°C/4h/air 760°C/16h/air	Précipiter des carbures + γ'_I aux JdG Stabiliser la chimie et les fractions

Tableau I.2 – Récapitulatif des différents revenus réalisables sur des alliages γ/γ' selon la mise en solution effectuée (JdG = Joints de Grains).

I.1.3.d Traitement thermique standard du René 65

Dans cette étude, la matière fournie par SNECMA correspond à un état de traitement thermique de type *subsolvus*, conduisant à une microstructure à grains fins. Le traitement thermique standard se décompose en une mise en solution *subsolvus* d'1h à 1065°C ($T_{solvus} \sim 1110^\circ\text{C}$), suivi d'une trempe, et d'un revenu de 8h à 760°C (Figure I.18).

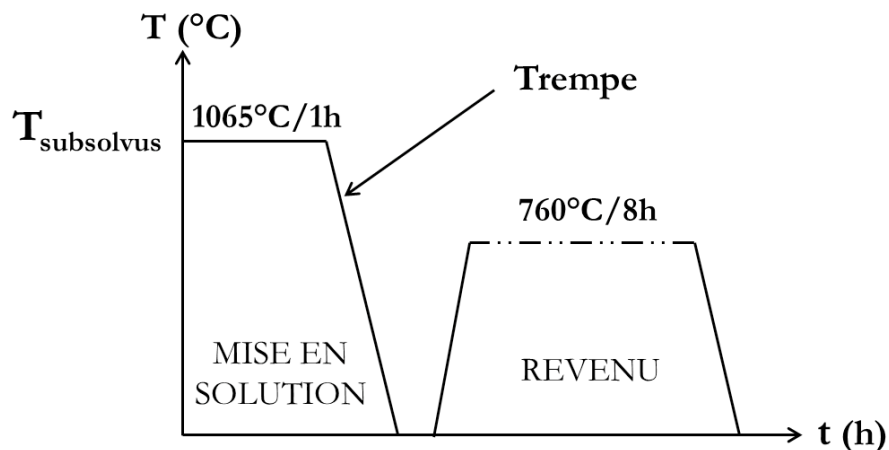


Figure I.18 – Traitement thermique standard du René 65 : Mise en solution à 1065°C/1h/trempe + 760°C/8h/refroidissement à l'air.

I.1.4 Caractérisation métallurgique de l'alliage à réception

I.1.4.a Présentation des lots matières

Pour réaliser cette étude, trois lots matière ont été fournis par l'entreprise Snecma (Gennevilliers) du groupe SAFRAN :

- Un quart de couronne brut de forge présenté Figure I.19 (forgé par Snecma). Cette matière n'a pas reçu les traitements thermiques nécessaires à l'obtention de la microstructure finale désirée. Elle a été fournie dans le but de réaliser des traitements

thermiques en laboratoire pour obtenir des microstructures dites "académiques".



Figure I.19 – Quart de couronne brut de forge.

- Un barreau prélevé dans une zone déformée à un taux de 1,5 d'un lopin forgé à la presse hydraulique (Figure I.20). Ce barreau a reçu les mêmes traitements thermiques que les couronnes de référence, mais n'a pas subi les mêmes gammes de traitements thermo-mécaniques.

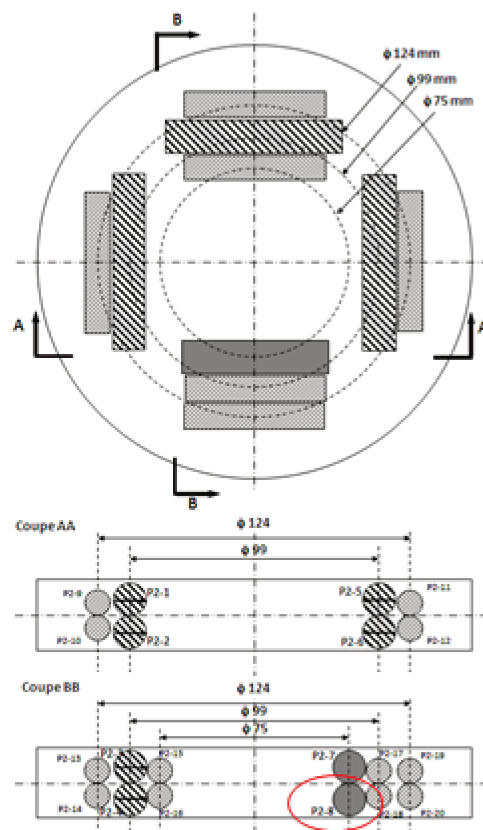


Figure I.20 – Localisation du prélèvement du barreau P3-8, traité $1065^{\circ}\text{C}/1\text{h}$ puis refroidi à $110^{\circ}\text{Cmin}^{-1}$ + $760^{\circ}\text{C}/8\text{h}$ /trempe air.

- Deux demi-couronnes de référence (élaborées par Snecma Gennevilliers) ayant subi les traitements thermiques de référence (voir Figure I.18). Le refroidissement post

mise en solution est compris dans l'intervalle [50-110°C/min] en fonction des différentes zones de la couronne [Laurence, 2012]. Ce traitement thermique permet d'obtenir une microstructure à grains fins avec une population bimodale de précipités γ' intragranulaires.

Dans ce qui suit l'accent sera porté sur la caractérisation de la microstructure de l'état de référence (couronne et barreau + traitement thermique standard). Cette dernière a été quantifiée à plusieurs échelles :

- celle des grains par microscopie électronique à balayage couplée à un dispositif EBSD pour déterminer la taille des grains et leur orientation cristallographique.
- celle de la précipitation par microscopie à balayage MEB-FEG pour obtenir la fraction surfacique des précipités ainsi que la taille moyenne de chaque population de précipités γ' . Les aspects quantitatifs de cette approche font appel à des algorithmes de traitement d'images et à une exploitation statistique des données.

Toutes les techniques de caractérisation sont détaillées en Annexe A.

I.1.4.b Caractérisation à l'échelle des grains

La caractérisation à l'échelle des grains de l'état de référence a été réalisée à la fois sur un pion prélevé dans le barreau ainsi que sur une éprouvette prélevée dans la couronne. La microstructure à l'échelle des grains a été observée par microscopie électronique à balayage après un polissage électrolytique (voir Annexe A) qui permet de révéler la structure granulaire.

État de référence du barreau

Des bandes de grains très fins (GF) alignées sur les lignes de fibrage jalonnent la microstructure granulaire de l'alliage (Figure I.21). Cette structure bimodale est une hérédité de la première solidification dendritique de l'alliage. En effet, les transferts de chaleur au cours de la solidification sont limités par la faible conductivité thermique de l'alliage, ce qui conduit à des macro-ségrégations chimiques qui modifient localement la température de solvus des γ' . C'est pourquoi d'autres traitements de refusion sont réalisés par la suite (ESR-VAR) pour réduire cette hérédité dendritique. De plus, au cours du forgeage, les γ' non dissous vont s'aligner selon les lignes de fibrage. Par conséquent, lors du traitement de mise en solution nécessaire au contrôle de la taille de grains, les zones du disque contenant le plus de γ' primaires vont présenter une croissance de grain moindre puisque les γ' primaires jouent un rôle d'ancrage des joints de grains ("Zener Pinning")(cf partie I.1.3).

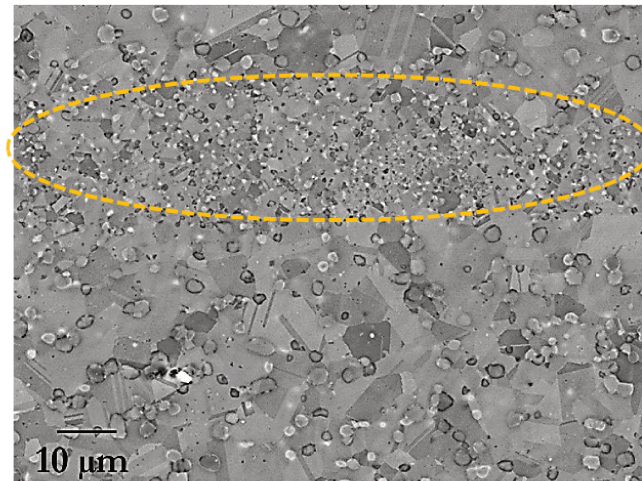


Figure I.21 – Bi-population de tailles de grains : présence d'une bande de grains fins (GF) encerclée par l'ellipse en pointillé.

Les cartographies EBSD réalisées sur l'état de référence permettent de distinguer les joints de macles des joints de grains, ainsi que de fournir une distribution en taille des grains. À titre d'exemple, la cartographie présentée par la Figure I.22 met en évidence la structure fortement maclée du René 65. Pour rappel, les joints de macles peuvent se former de différentes manières [C. Barrett et Massalski, 1980] [Tezenas Du Montcel *et al.*, 2009] :

- par déformation,
- par croissance des grains au cours de la solidification,
- par croissance des grains au cours d'un traitement thermique (macle de recuit).

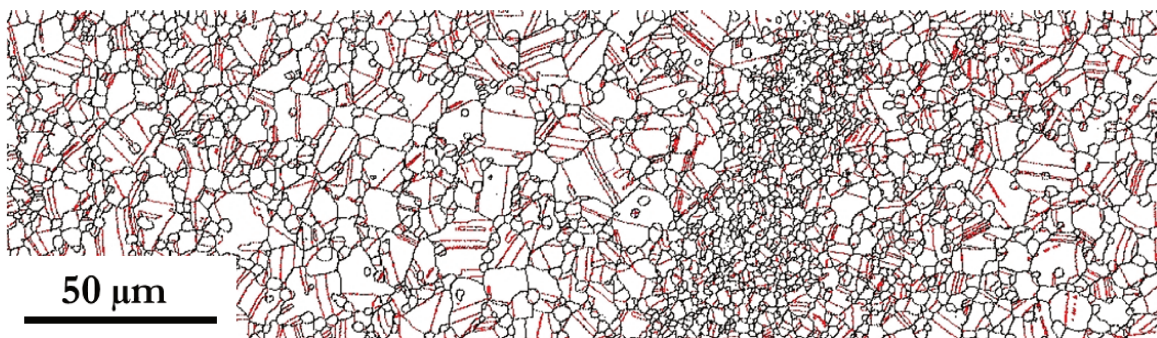


Figure I.22 – Structure très maclée : joints de grains en noir, et joints de macles en rouge.

Ces joints "spéciaux" se démarquent des joints de grains "généraux" par leur indice de coïncidence élevé. Les joints de macles cohérents de type $\Sigma 3$ sont majoritairement présents dans les polycristaux de type CFC. Ces joints particuliers correspondent à des plans de type $\{111\}$ comme les plans de glissement.

La Figure I.23 présente une cartographie d'orientation cristallographique correspondant à la

zone utilisée pour déterminer la taille de grains. Le code couleur utilisé est associé à la normale à la surface de l'échantillon. L'analyse quantitative des données conduit à une taille de grains comprise essentiellement entre 3 μm et 15 μm , avec une moyenne à 5 μm en considérant les macles (soit une valeur de taille de grains ASTM~12). Cette analyse considère tous les grains y compris ceux des faisceaux de tout petits grains. De plus, cette distribution intègre à la fois les grains et certains γ' primaires. Afin de s'affranchir de la taille des γ' primaires inclus dans cette distribution, il faut coupler ces analyses EBSD avec des analyses EDX (Energy Dispersive X-ray spectroscopy). Des travaux de cette nature ont été réalisés et sont présentés à la fin de cette section. La taille des précipités γ'_I étant généralement inférieure à celle des grains, la taille de grains moyenne doit tendre vers une valeur légèrement plus élevée que celle établie à partir des données répertoriées sur la Figure I.23.

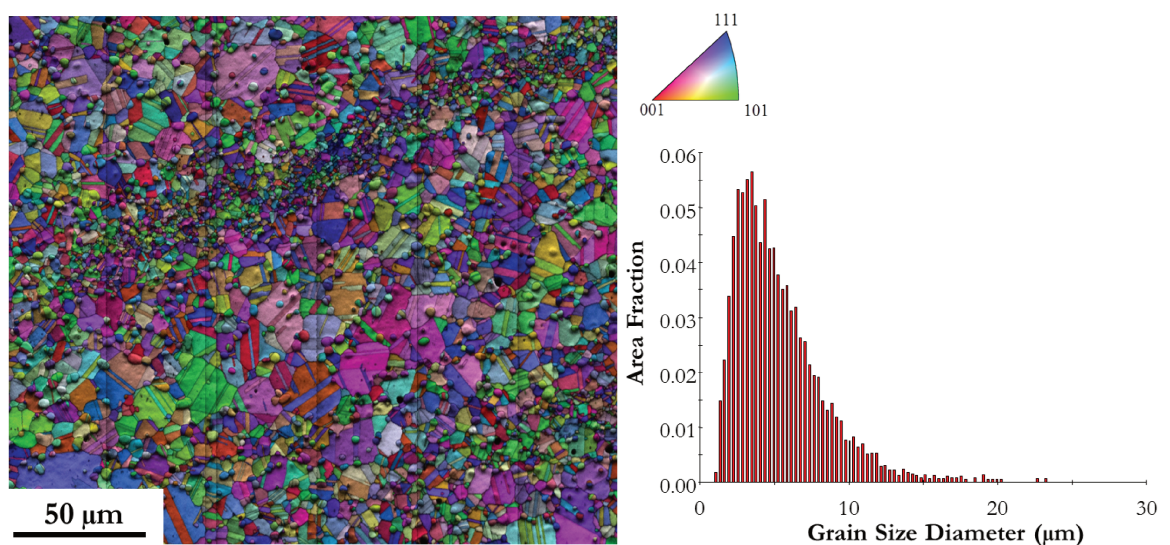


Figure I.23 – Cartographie d'orientation cristallographique avec contribution des macles. Aucun pic distinct associé aux γ'_I est observé.

D'autre part, la structure polycristalline peut être accompagnée d'une texture cristallographique. Il est alors difficile de dissocier le rôle respectif de la taille de grains et des textures sur les propriétés mécaniques [Morrison, 1994]. Par exemple, l'impact seul de la taille de grains a largement été étudié dans divers alliages métalliques. Jain *et al.* ainsi que Torster *et al.* ont montré que la limite d'élasticité, la résistance à la rupture ainsi que la durée de vie en fatigue oligocyclique de l'Udimet 720Li à 430°C et 600°C sont d'autant plus élevées que la taille de grains est faible (en accord avec la loi de Hall et Petch) [Jain *et al.*, 2000] [Torster *et al.*, 1997]; des propriétés en fluage améliorées, ainsi que des vitesses de propagation de fissures par fatigue plus faibles seraient quant à elles obtenues avec de gros grains (Figure I.24) [Pang et Reed, 2003]. Des études menées sur d'autres catégories de polycristaux CFC tels que les aciers austénitiques [Mineur *et al.*, 2000] ont permis de mettre en évidence l'impact seul de la texture cristallographique sur le comportement cyclique et l'endommagement en fatigue (en termes de comportement cyclique, densité et distribution de fissures). Se soucier de l'existence éventuelle de texture est donc nécessaire. Des analyses EBSD ont

donc été réalisées dans ce sens. Une attention particulière a été portée aux faisceaux de petits grains mentionnés en début de paragraphe.

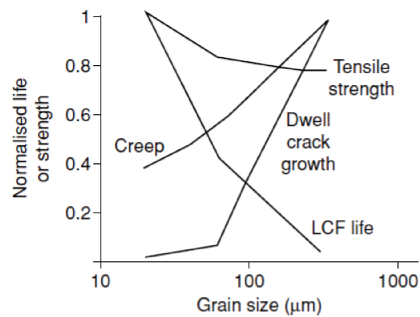


Figure I.24 – Illustration schématique de la dépendance des propriétés mécaniques des disques de turbine à la taille de grains [Williams et Starke, 2003].

Une large cartographie EBSD réalisée sur un pion vieilli 1000h à 900°C est présentée en Figure I.25. Il est important de préciser que le vieillissement thermique à une température aussi basse par rapport à la température de solvus γ' n'a aucun impact sur la distribution en taille des grains et les valeurs de texture qui vont suivre. Ce point est détaillé au Chapitre 2.II. L'indice de texture sur l'ensemble de cette cartographie est seulement de 1,2; ce qui permet d'affirmer que le matériau n'est presque pas texturé (Figure I.27). En revanche, les zones à grains fins sont davantage texturées (avec un indice de texture pouvant atteindre une valeur supérieure à 5), sans pour autant qu'une orientation cristallographique commune à toutes ces bandes n'apparaisse (Figure I.26).

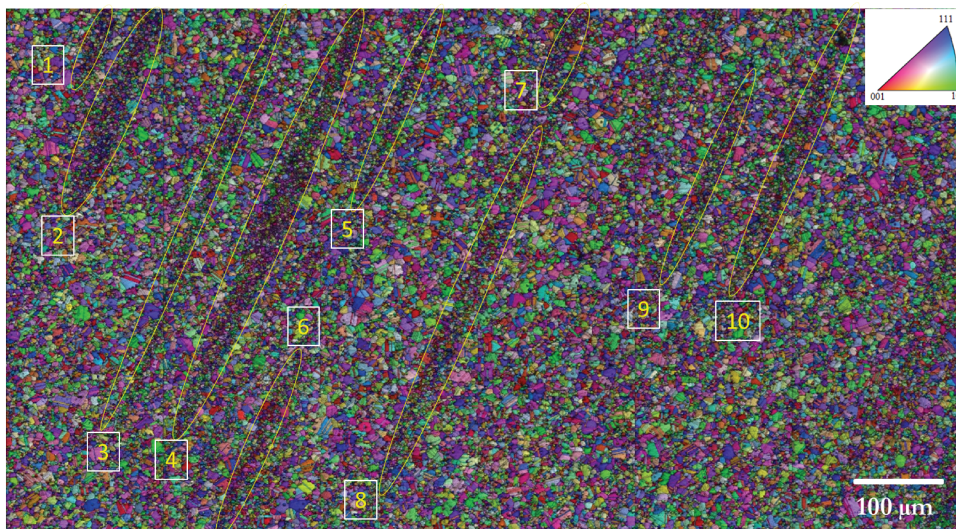


Figure I.25 – Cartographie d'orientation cristallographique avec contribution des macles. Ensemble peu texturé. Présence de bandes de grains fins entourées de 1 à 10, dont l'indice de texture a été mesuré pour chaque zone d'une bande à une autre.

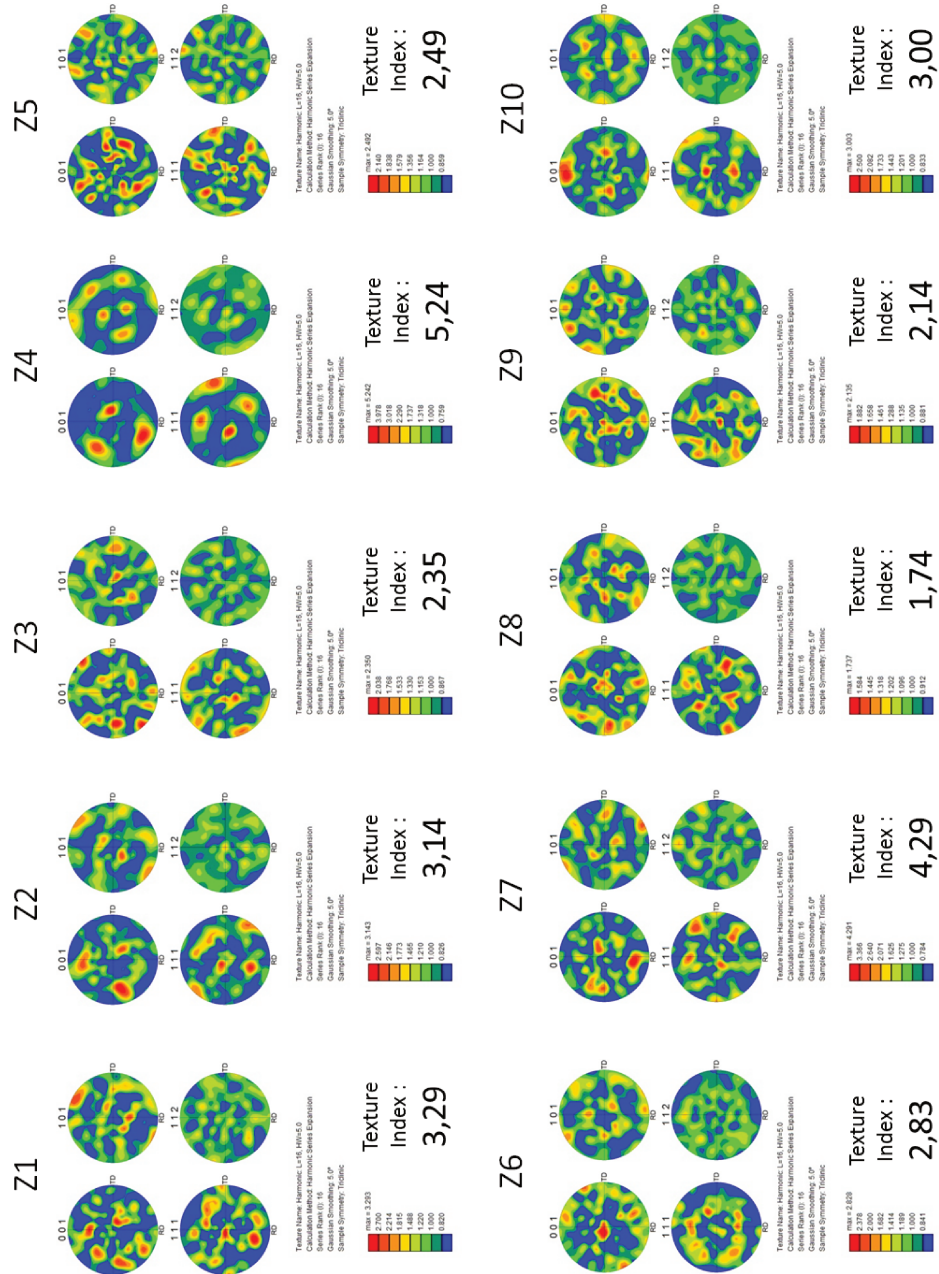


Figure I.26 – Indice de texture cristallographique associé à chaque bande de grains fins.

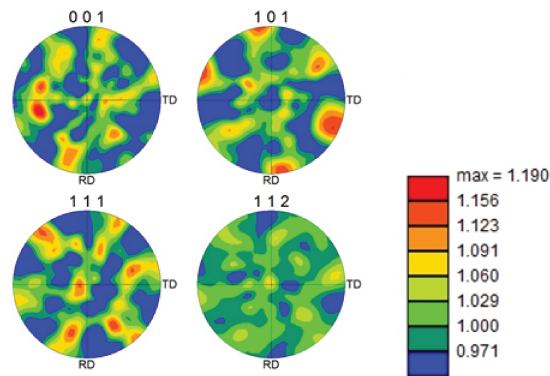


Figure I.27 – Indice de texture cristallographique associé à l'ensemble de la cartographie du pion vieilli 1000h à 900°C.

État de référence de la couronne

La couronne étant l'état de référence le plus utilisé dans cette étude, il était primordial de quantifier précisément les tailles des grains en s'affranchissant alors de la présence de faisceaux de petits grains et en tentant de séparer les grains et les précipités γ'_I . Des analyses couplées EBSD/EDS ont été réalisées en ce sens au CEMEF (Mines ParisTech, Sophia Antipolis, France). L'association de ces deux techniques permet en effet de séparer la distribution en tailles de grains de celle des précipités intergranulaires γ'_I , grâce aux différences de compositions chimiques entre les précipités et la matrice. Sans ce couplage, certains précipités γ'_I ne sont pas discernables sur une cartographie EBSD standard (comme celle présentée en Figure I.23). Une cartographie plus petite incluant moins de grains que celle réalisée sur le barreau permet l'extraction des distributions à la fois des grains (Figure I.28) et des précipités γ'_I (Figure I.29), tout en étant relativement représentative de l'ensemble de la matière.

L'analyse de ces données conduit à des tailles moyennes de grains et de précipités γ'_I de $9,6 \mu\text{m}$ (\approx ASTM 10) et $3,4 \mu\text{m}$ respectivement. Au passage, il est intéressant de noter la présence très régulière de macles au sein des précipités γ'_I .

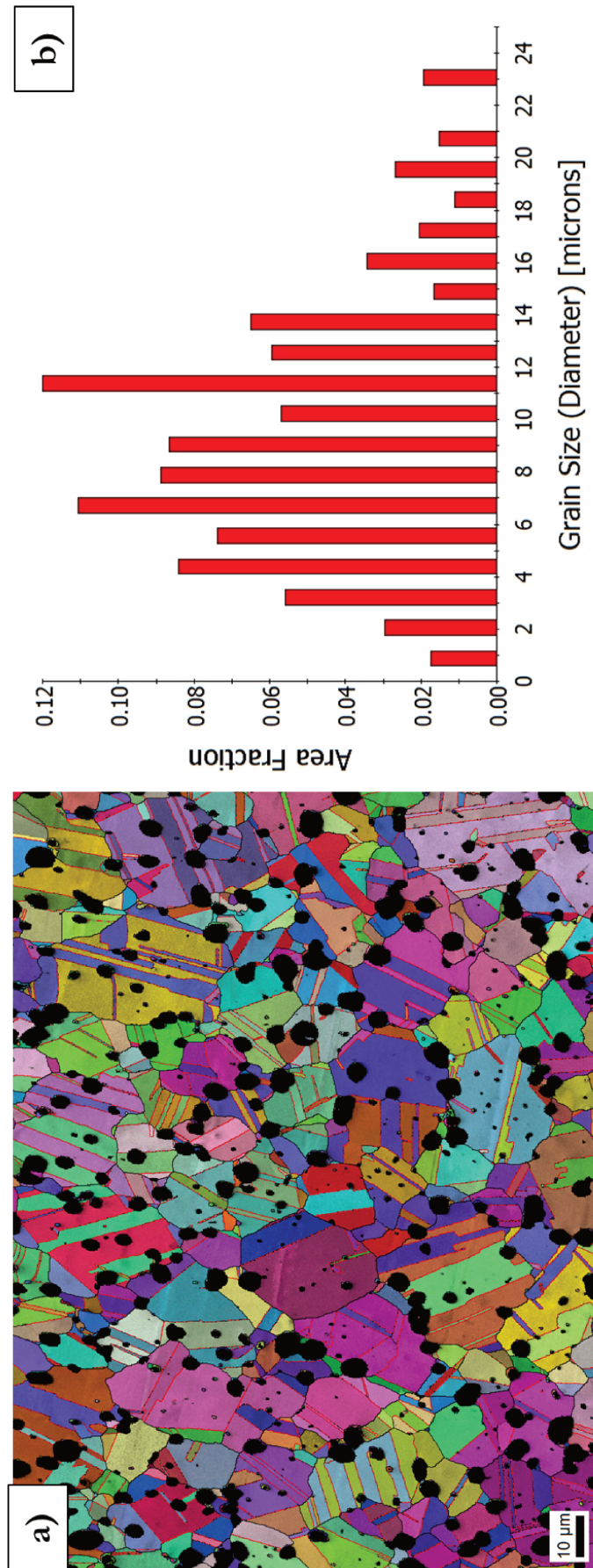


Figure I.28 – (a) Cartographie EBSD+EDS des grains dans l'état de référence (b) Distribution en taille des grains uniquement

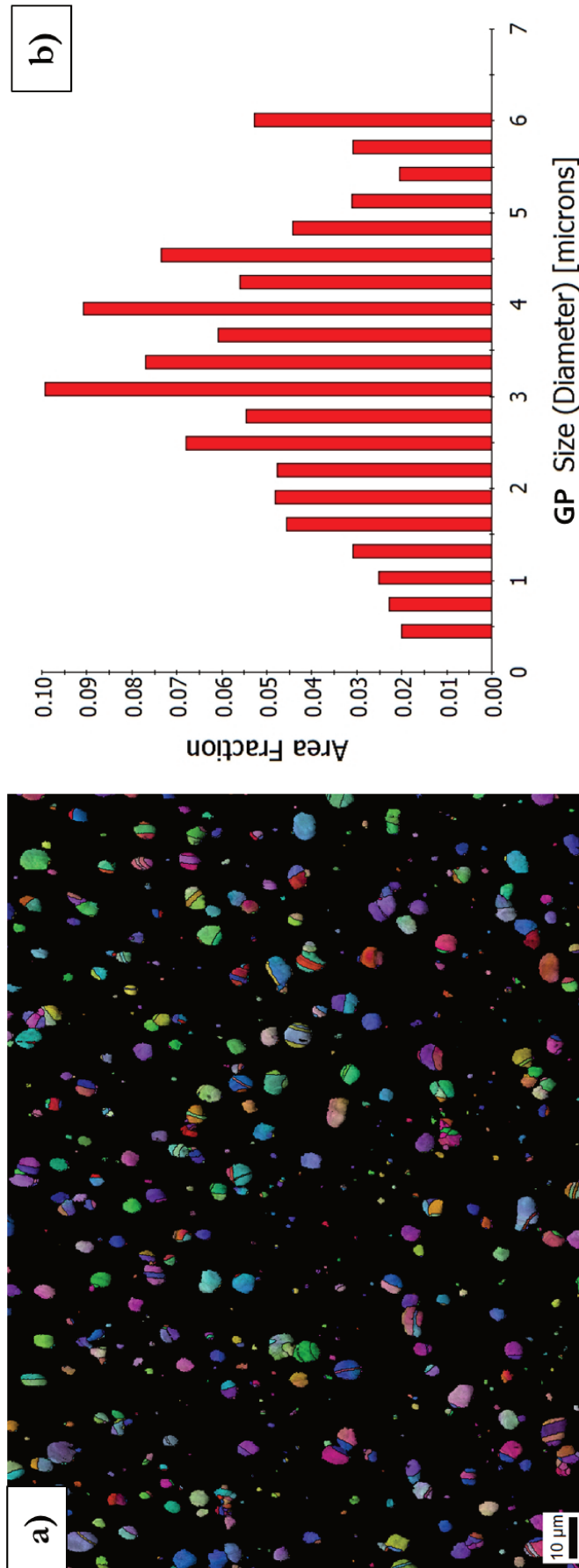


Figure I.29 – (a) Cartographie EBSD+EDS des précipités γ'_I dans l'état de référence (b) Distribution en taille des précipités γ'_I

I.1.4.c Caractérisation à l'échelle de la précipitation

Méthodologie de caractérisation

Afin de quantifier à la fois les fractions volumiques et les distributions en taille des précipités γ' , ainsi que la distance inter-précipités dans les deux états de la matière, des échantillons ont été polis mécaniquement puis électrolytiquement avant de subir une attaque chimique à l'eau régale. Le polissage électrolytique a pour objectif d'éliminer la couche écrouie en surface qui a été induite lors du polissage mécanique. L'attaque chimique "négative", quant à elle, dissout les précipités γ' uniquement.

Ces échantillons sont ensuite observés par microscopie électronique à balayage (MEB-FEG JEOL JSM 7000F) sous une tension d'accélération de 25kV. Les échantillons sont systématiquement observés en mode électrons rétrodiffusés (BSE) et en mode électrons secondaires (SEI) à différents grossissements allant de x500 à x50000 (SEI) ou x10000 (BSE).

À partir des images prises au MEB-FEG, certaines images sont sélectionnées selon leur grossissement pour la quantification des différents paramètres cités ci-dessous :

- les photos à x1000 et x2500 (SEI) servent à la caractérisation des γ'_I intergranulaires (fraction et distribution en taille).
- les photos à x25000 et x50000 (SEI) servent à la caractérisation des γ'_{II} et γ'_{III} intragranulaires (fraction et distribution en taille) ainsi qu'à la détermination des distances inter-précipités.

Une dizaine de photos (ce qui représente au moins 10000 précipités) sont ensuite segmentées via le logiciel de traitement d'images Visilog®. Des algorithmes ont été développés lors de cette étude afin de caractériser au mieux les différents paramètres. Certains ajustements tels que l'érosion de particules se font au cas par cas. À ce stade toutes les données sont fournies, hormis les équations de type Log-normal permettant de comparer les distributions en taille et en distances inter-particulaires d'un état métallurgique à l'autre. Celles-ci sont identifiées via le logiciel Origin®, permettant ainsi d'obtenir la valeur moyenne associée à ces distributions.

Le protocole détaillé de toutes ces étapes est fourni en Annexe A.

Résultats de l'analyse stéréologique

* État de référence du barreau

D'après les micrographies réalisées sur un pion prélevé dans le barreau, les bandes de grains fins jalonnant la microstructure sont clairement visibles (Figure I.30.a1 et b1). Les précipités γ'_I , globalement de géométrie "accidentée", sont plus petits et plus nombreux dans ces

bandes de grains fins. Des marquages très spécifiques sont également visibles au niveau des interfaces précipités γ'_I /matrice (Figure I.30.b2). Ces traces résultent du caractère semi-cohérent des précipités γ'_I avec la matrice. Cette perte de cohérence pourrait provenir de la trempe post MS [Singh *et al.*, 2013].

Deux populations de particules intragranulaires sphériques sont clairement distinguables par leur taille et par leur fraction volumique (Figure I.30.d). Les précipités γ'_{II} , de plus grandes tailles et de plus grande fraction volumique, sont répartis de façon homogène dans la matrice. Ce sont les premiers à précipiter au cours du refroidissement post MS. Les quelques petits γ'_{III} , situés majoritairement autour des γ'_I et au niveau des joints de grains, précipitent tardivement au cours du refroidissement post MS (à basse température). Ces observations sont en accord avec l'étude de Singh *et al.* [Singh *et al.*, 2013].

Il est important de noter que toutes les distributions obtenues sont le résultat de l'intégration de données provenant de zones à GG et de zones à GF. Aucune différence en termes de taille de précipités γ' intragranulaires entre les différentes zones n'a été constatée.

Les résultats de l'analyse stéréologique de la phase γ' dans l'état de référence du barreau (fraction volumique, diamètre moyen des précipités γ' et distance inter-précipités moyenne) sont récapitulés dans le tableau I.3. La distance inter-particulaire (ou "largeur de couloir") représente la distance entre deux précipités γ' intragranulaires dans le plan d'observation. Cette grandeur est intéressante à évaluer dans la mesure où les mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations en sont fortement dépendants. Ceci sera abordé plus en détails dans le Chapitre III.

	F. volumique (%)	$\phi_{\gamma'}$ moy. (nm)	$L_{couloir}$ moy. (nm)
γ'_I	11,6	900	
γ'_{II}	20,5*	47	52

Tableau I.3 – État de précipitation dans le barreau (*cette fraction volumique n'inclue pas celle des fins précipités γ'_{III} , non mesurée ici)

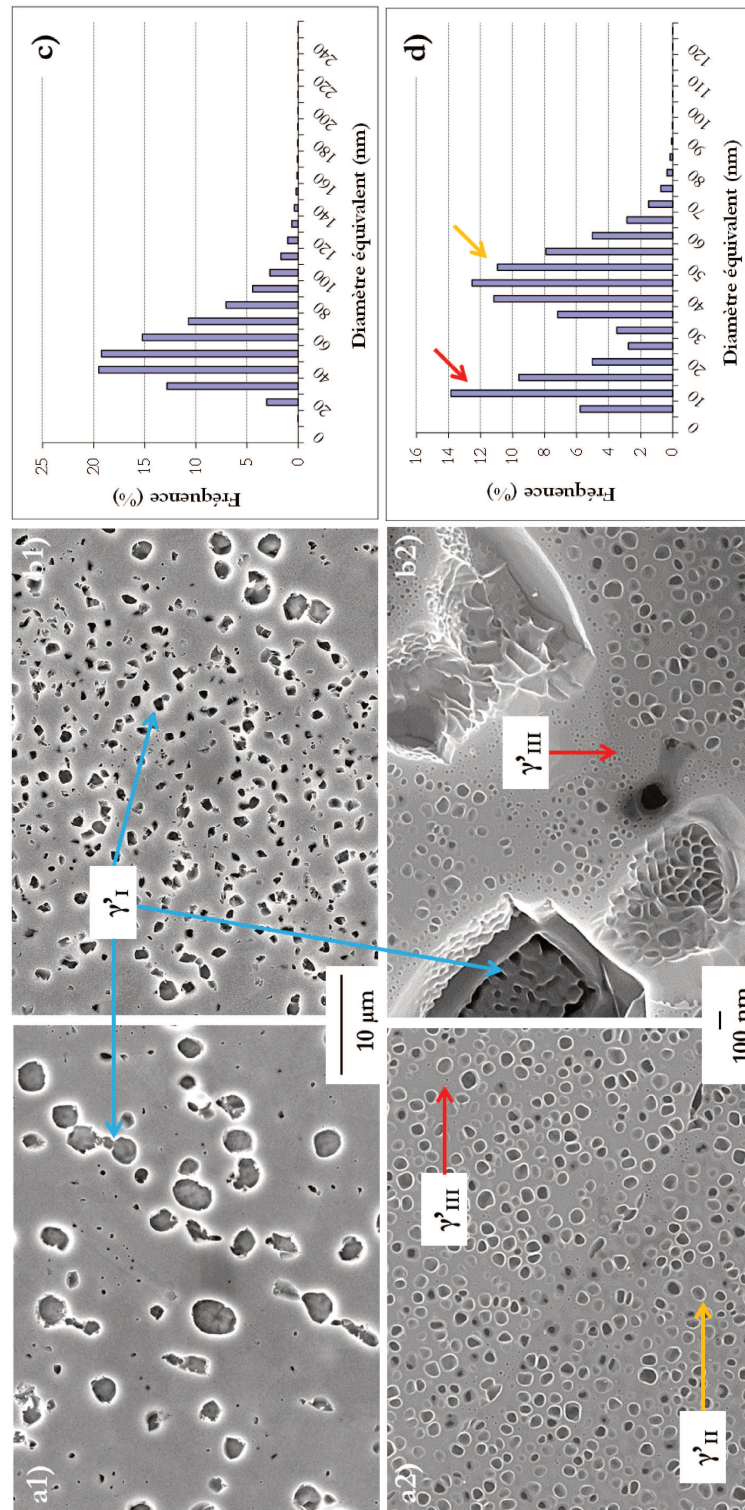


Figure I.30 – Microstructure de précipitation γ/γ' à deux échelles différentes d'une zone à gros grains (a1 et a2) et d'une zone à grains fins (b1 et b2). Distribution des distances inter-particulaires (c) et distribution en taille des γ' intragranulaires (d).

* État de référence de la couronne

Huit éprouvettes ont été systématiquement prélevées par tranche de couronne selon le plan de prélèvement suivant (Figure I.31) :

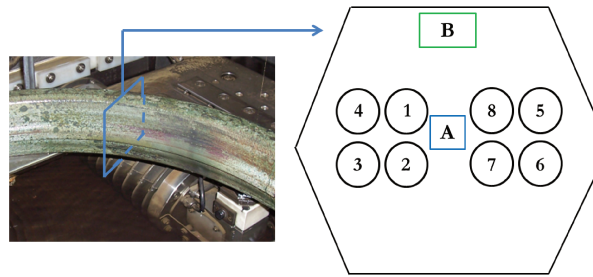


Figure I.31 – Plan de prélèvement schématisé des éprouvettes dans la couronne de référence.

Il est par conséquent nécessaire d'étudier la variabilité de la microstructure selon ces zones de prélèvement.

Le Figure I.33 montre l'état de précipitation à différentes échelles dans les zones de prélèvement 4 et 8. De prime abord, les photos prises à faible grandissement (Fig I.33.a1 et a2) montrent que les bandes de grains fins sont beaucoup plus étroites et moins nombreuses que dans le barreau (zones entourées par des ellipses en Figures I.21 et I.25). Cette observation n'est pas étonnante puisque la matière de référence a subi des gammes thermo-mécaniques très différentes de celles du barreau, modifiant sa structure initiale. Hormis ce point, la précipitation de précipités γ'_I dans ces deux zones de prélèvement est identique. De plus, aucun joint dentelé n'a été observé dans cette matière.

En ce qui concerne la précipitation de γ' intragranulaires, les photos et les distributions en taille (Figure I.33.a2,a3 et b2,b3) montrent qu'il existe également une double population de précipités. Cependant les tailles et les fractions volumiques diffèrent entre ces deux zones de prélèvement.

Dans la zone de prélèvement 4 – qui provient de la partie intérieure de la couronne de référence – la distribution en taille des γ' intragranulaires est relativement homogène, signifiant que la vitesse de refroidissement post MS a été rapide et constante. En revanche, la zone de prélèvement 8 – qui provient de la partie extérieure de la couronne et extraite plus en profondeur que la zone 4 – présente une distribution en taille hétérogène. En effet, de gros précipités γ'_{II} de morphologie sphérique/cubique cohabitent avec de petits γ'_{III} sphériques. Ces hétérogénéités de tailles, de fractions volumiques et de morphologies sont probablement le résultat d'un refroidissement post MS à vitesse variable. En effet, à cause de la massivité de la pièce et du temps de transfert du four vers le bain de trempe, la vitesse de refroidissement ne peut pas être homogène en tout point et cela conduit à des hétérogénéités de précipitation intragranulaire. La figure I.32 illustre ces différences de vitesses de refroidissement entre des zones de type A et B de la couronne de référence (cf Figure I.31). Après la mise en solution, la vitesse de refroidissement subie par cette zone a probablement été relativement faible permettant ainsi la germination d'une petite fraction de précipités γ'_{II} . Par la suite, la température diminuant et le désaccord paramétrique augmentant, ces précipités grossissent et passent d'une morphologie sphérique à cubique. Au cours de la

poursuite de ce refroidissement, dès que la température est suffisamment basse pour permettre une autre vague de nucléation, alors les γ'_{III} précipitent en grande quantité (la force motrice de nucléation étant grande) sans pour autant grossir puisque les vitesses de diffusion sont alors très faibles [Radis *et al.*, 2009].

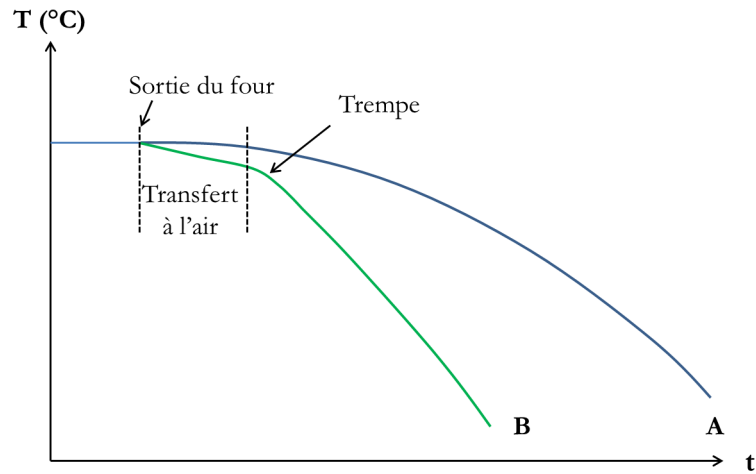


Figure I.32 – Schéma illustrant les différentes vitesses de refroidissement vécues par des zones de type A et B de la couronne de référence.

Les microstructures à l'échelle de la précipitation intragranulaire sont regroupées Figure I.34. Ainsi, les zones de prélèvement de la partie intérieure de la couronne de référence numéro 1 à 4 (y compris la n°7) présentent une précipitation intragranulaire relativement homogène, à l'inverse des zones de prélèvement de la partie extérieure de la couronne numéro 5, 6 et 8.

Chaque valeur moyenne des distributions en taille des précipités intragranulaires a été calculée pour toutes les zones de prélèvement. Les données issues des zones de prélèvement correspondant à la partie intérieure de la couronne de référence ont été moyennées, ainsi que celles correspondant à la partie extérieure.

Les résultats de l'analyse stéréologique de la phase γ' dans l'état de référence sont récapitulés dans le tableau I.4.

	F. volumique (%)	$\phi_{\gamma'}$ moy. (nm)	$L_{couloir}$ moy. (nm)
γ'_I	10,8	1773	
γ'_{II} et γ'_{III}	21,4	34,2 (P.I*) et 13,1 53,8 (P.E*) et 14,2	33,8

Tableau I.4 – Résultats de l'analyse stéréologique de la phase γ' dans la couronne de référence (P.I = partie intérieure de la couronne, P.E = partie extérieure)

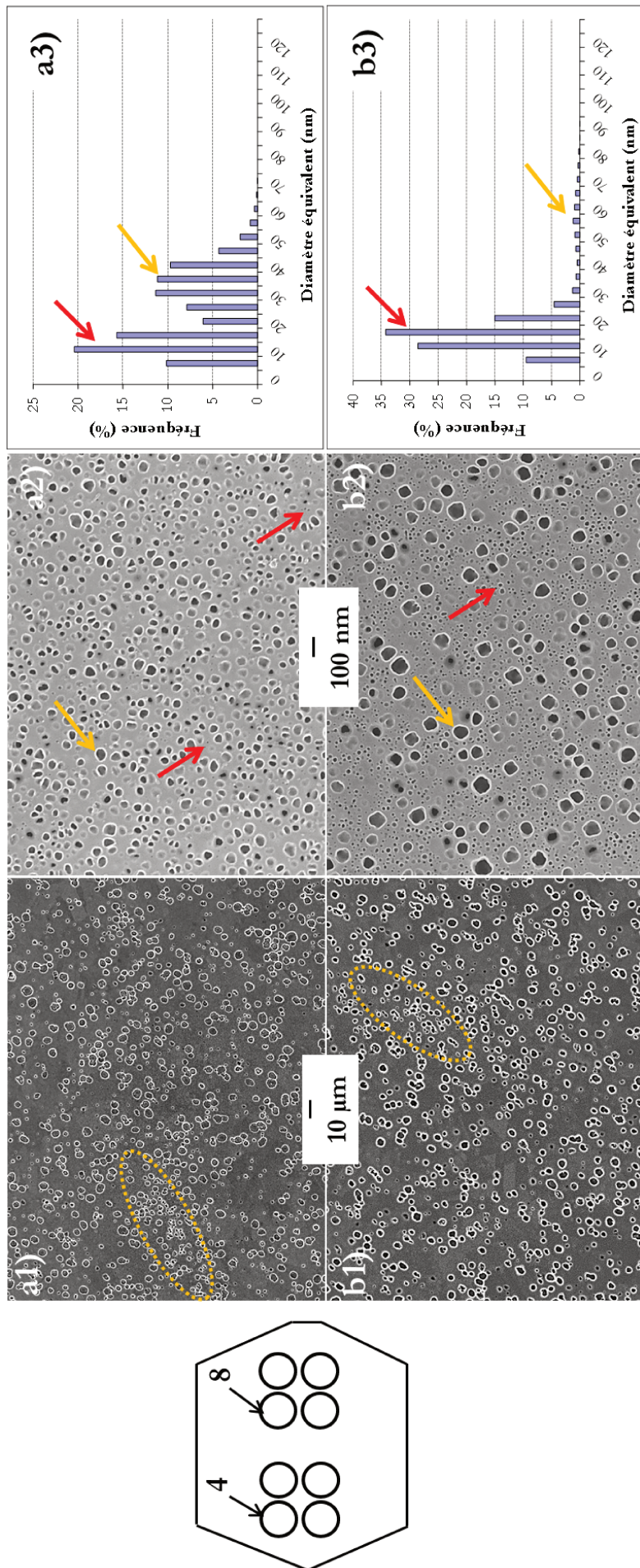


Figure I.33 – Microstructures de précipitation sous différents grossissements dans les zones de prélèvement 4 (a1 et a2) et 8 (b1 et b2).
Distributions en taille des γ' intragranulaires des zones de prélèvement 4 (a3) et 8 (b3).

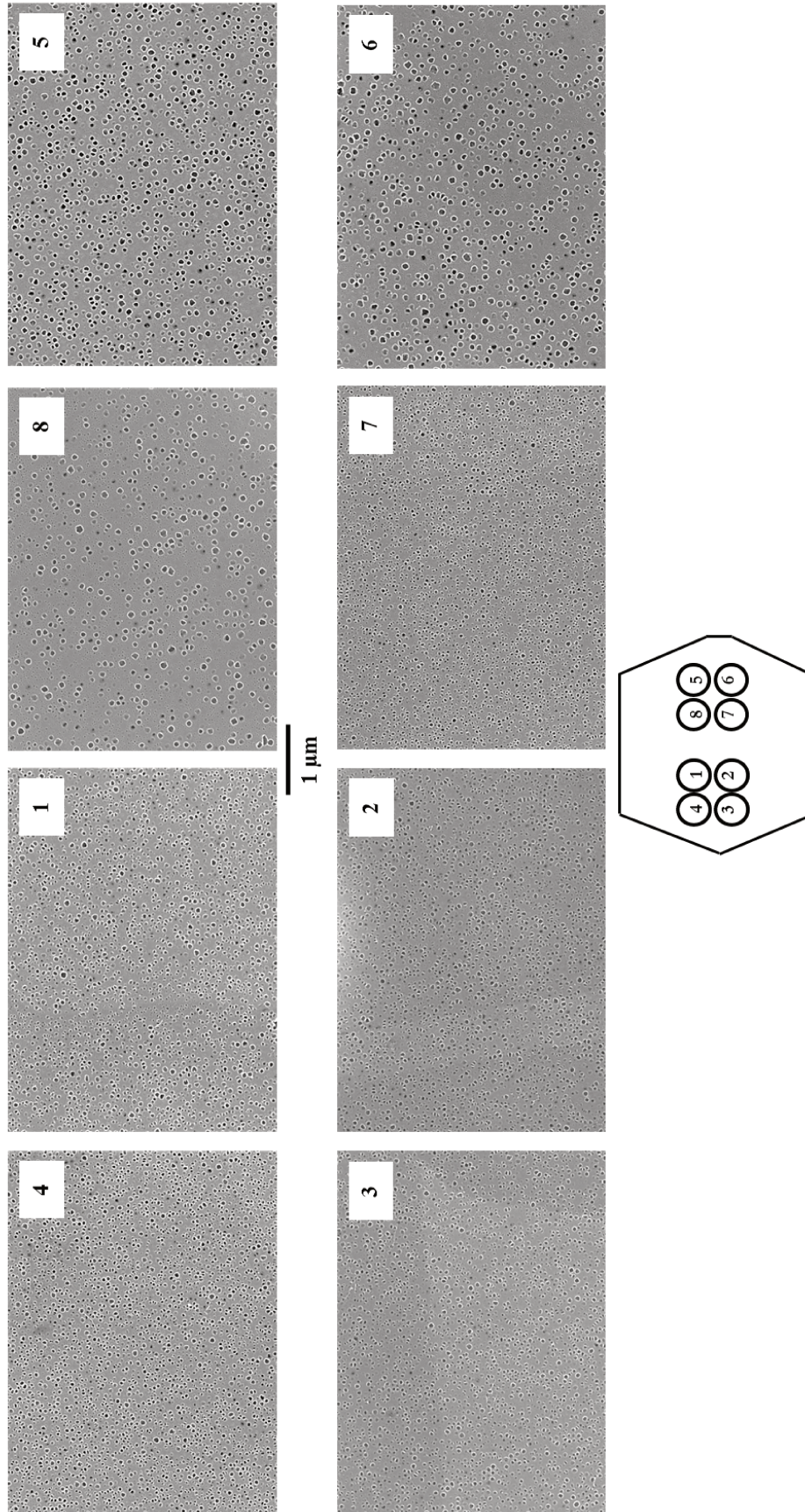


Figure I.34 – Microstructures à l'échelle de la précipitation intragranulaire γ/γ' des différentes zones de prélèvement dans la couronne de référence.

I.2 Traitements thermiques réalisés

Afin de comprendre l'évolution de la microstructure au cours de la vie en service d'un composant, des traitements thermomécaniques accélérés ont été réalisés. Les températures et durées d'exposition de ces essais peuvent être supérieures aux conditions réelles subies par une partie des disques de turbine sans pour autant changer la nature des mécanismes mis en jeu.

I.2.1 Sur-vieillissement thermique sur la microstructure

Dans un premier temps, il fut nécessaire de caractériser l'influence du sur-vieillissement thermique sur la microstructure. Ainsi des traitements thermiques ont été réalisés dans des fours résistifs sous air sur des pions prélevés dans le barreau (de diamètre 13 mm). Ces traitements thermiques s'échelonnent entre 700°C et 925°C (Tableau I.5).

Ces échantillons ont ensuite été polis mécaniquement et électrolytiquement, puis observés au MEB-FEG (cf Annexe A). Les microstructures ainsi obtenues et analysées par traitement d'images sont détaillées dans le Chapitre II.3.

Température (°C)	Temps (h)
700	10, 50, 100, 500, 1006, 2000
800	5, 19, 100, 500, 1006, 2000
850	2, 3, 10, 100, 500, 1000
900	2, 10, 137, 500, 1000
925	2, 4

Tableau I.5 – Traitements thermiques réalisés sur des pions prélevés dans le barreau.

I.2.2 Réalisation de microstructures académiques

Des microstructures dites "académiques" – car non conformes aux traitements thermiques réalisés sur les couronnes commercialisées – ont été réalisées dans le but :

- d'établir une relation entre les vitesses de refroidissement post mise en solution (\dot{T}_c) en fonction de la taille des γ' secondaires intragranulaires ($\phi_{\gamma'_{II}}$).
- de mettre en exergue l'impact de la taille de grains et de la taille des précipités intragranulaires sur les propriétés mécaniques.

I.2.2.a Relation entre \dot{T}_c et $\phi_{\gamma'_{II}}$

Afin d'établir la relation entre la vitesse de refroidissement et la taille des γ' secondaires, différentes vitesses de refroidissement ont été appliquées sur des petits blocs (dimensions de 20mm x 15mm x 10mm) prélevés dans du brut de forge, après une mise en solution de 4h à 1080°C (*subsolvus*) ou à 1120°C (*supersolvus*). Ces vitesses ont été choisies afin d'obtenir (Tableau I.6) :

- Un refroidissement très lent (10°C/min) pour observer s'il existe une évolution morphologique des précipités et des joints de grains.
- Des refroidissements intermédiaires (37-38°C/min et 108-136°C/min).
- Un refroidissement rapide (450°C/min correspondant à une trempe à l'air) qui conduit à une précipitation intragranulaire fine et sphérique.
- Un refroidissement très rapide (11650°C/min correspondant à une trempe à l'huile) qui conduit à une précipitation intragranulaire ultra fine.

Mise en solution	1080°C/4h	1120°C/4h
	10	10
	37	38
Vitesse de refroidissement (°C/min)	136	108
	450	450
	11600	11600

Tableau I.6 – Traitements thermiques académiques sur des blocs de brut de forge.

Au laboratoire Pprime, les fours résistifs sous air employés (dont la précision est de $T \pm 2^\circ\text{C}$) ne permettent pas de gérer les vitesses de refroidissement intermédiaires choisies (entre 30°C/min et 150°C/min). C'est pourquoi certains traitements ont été réalisés à Snecma-Genevilliers dans des fours où des trempes sous flux d'azote convectifs sont réalisables.

Pour suivre l'acquisition des vitesses de trempe à l'air et à l'huile, un thermocouple S protégé par une gaine en silice et des plots en céramique a été soudé sur la surface des échantillons. Les évolutions des températures ont été enregistrées à l'aide du logiciel Measure FoundryTM.

Les vitesses de trempe à l'air et à l'huile sont déduites des Figures I.35.a) et b) en calculant les pentes entre 1000°C et 800°C environ. Il s'agit en effet du domaine de température au cours duquel apparaît le pic principal de nucléation des précipités γ'_{II} (précipités dont le diamètre et la morphologie seront analysés). La précipitation d'une classe tertiaire de précipités s'effectue quant à elle à plus basse température [Singh *et al.*, 2013] [Radis *et al.*, 2009] (cf I.1.3).

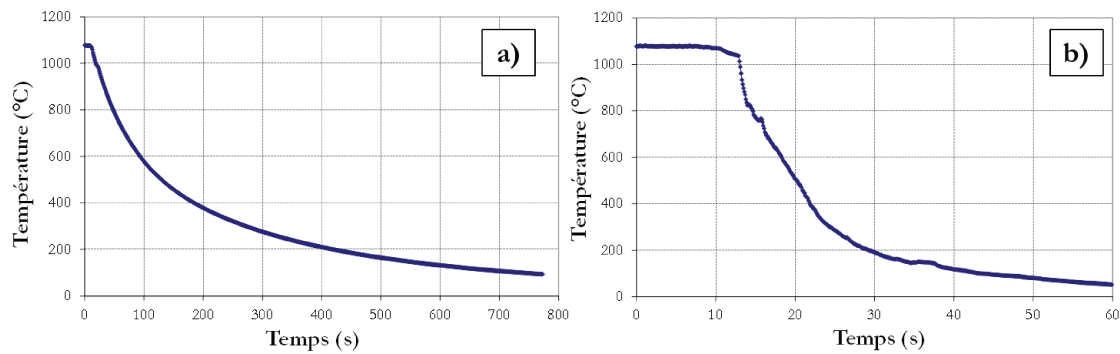


Figure I.35 – Évolution des températures après une MS *subsolvus* suivie de (a) trempe à l'air ($\dot{T}_c = 451^\circ\text{C}/\text{min}$) ou de (b) trempe à l'huile ($\dot{T}_c \sim 11600^\circ\text{C}/\text{min}$).

I.2.2.b Réalisation de traitements thermiques académiques

Afin de comprendre l'impact de la taille de grains et des γ'_{II} sur les propriétés mécaniques (notamment en fluage et en fatigue-fluage), des éprouvettes "académiques" ont été réalisées à partir d'ébauches prélevées dans du brut de forge. Les traitements thermiques réalisés sont résumés ci-dessous (Tableau I.7) :

Mise en solution	1080°C/4h	1120°C/4h
Vitesse de refroidissement ($^\circ\text{C}/\text{min}$)	10 69 & 172 357 7123	10 - 357 7123

Tableau I.7 – Traitements thermiques académiques sur ébauches de brut de forge.

Tous les traitements thermiques ont été réalisés selon la méthode décrite ci-dessus. Les vitesses de refroidissement de $69^\circ\text{C}/\text{min}$ et $172^\circ\text{C}/\text{min}$ correspondent aux vitesses de refroidissement subies par les deux zones de prélèvement de la couronne de référence. Ce calcul a été réalisé via la méthode détaillée en Chapitre II.3.

Ces éprouvettes académiques vont ainsi permettre de comprendre les mécanismes d'endommagement au niveau des joints de grains d'une part, mais aussi de comprendre les mécanismes de déformation qui sont notamment fonction de la taille des précipités γ'_{II} d'autre part. De plus, les données issues des essais de fluage et de fatigue-fluage sur ces éprouvettes académiques pourraient mettre en exergue une amélioration ou une détérioration des propriétés mécaniques selon le traitement utilisé, et ainsi donner des pistes d'optimisation du traitement thermique.

I.3 Essais mécaniques

Les éprouvettes ayant la microstructure de l'état de référence ont été prélevées dans une couronne de référence fournie par Snecma-Gennevilliers. Afin de faciliter les prélèvements, des blocs ont été au préalable découpés, puis les ébauches des éprouvettes ont été usinées par électro-érosion à l'atelier du groupe Endommagement et Durabilité des Matériaux de l'Institut Pprime-ENSMA.

Compte tenu de la massivité de la pièce, les vitesses de refroidissement ne peuvent être homogènes en tout point de la pièce comme mentionné auparavant, ce qui conduit à des différences en termes de tailles de précipités intragranulaires. C'est pourquoi, les zones de prélèvement des ébauches ont été choisies à cœur de la couronne afin de s'assurer que toutes les éprouvettes possèdent des microstructures relativement similaires tant à l'échelle granulaire qu'à celle de la précipitation. Enfin, par soucis de répétabilité et de comparaison entre les différents essais, toutes les éprouvettes ont été extraites selon le même plan de prélèvement.

I.3.1 Prélèvement des éprouvettes dans la couronne de référence

Toutes les ébauches ($L = 56\text{mm}$ et $\phi 13\text{mm}$) ont été prélevées en sens tangentiel selon le schéma suivant (Figure I.36) :

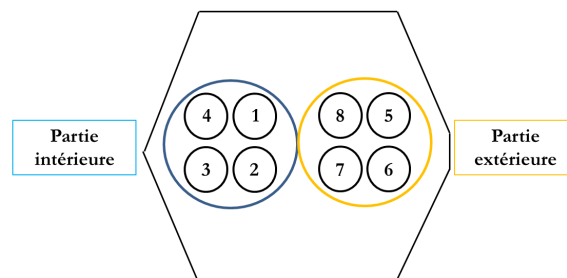


Figure I.36 – Plan de prélèvement schématisé des éprouvettes (vue dans un plan axial-radial).

D'après les observations microscopiques et les distributions en taille des précipités intragranulaires établies dans chaque zones de prélèvement (cf I.1.4.c), il existe clairement deux zones de la couronne pour lesquelles la taille des précipités γ' intragranulaires diffère en raison des différents profils de refroidissement :

- la partie "intérieure" correspondant aux éprouvettes numérotées de 1 à 4 sur le plan (Figure I.36), présentant un diamètre moyen de γ'_{II} et γ'_{III} de 30-35 nm et 10-15 nm respectivement.
- la partie "extérieure" correspondant aux éprouvettes numérotées 5, 6 et 8, présentant un diamètre moyen de γ'_{II} et γ'_{III} de 50-55 nm et 10-15 nm respectivement. L'éprouvette n°7, ayant un microstructure similaire à celles de la partie intérieure de la couronne, sera rarement utilisée lors des essais.

Une seule géométrie d'éprouvette a été utilisée dans cette étude pour les essais de traction, fatigue, fluage et fatigue avec temps de maintien (Figure I.37).

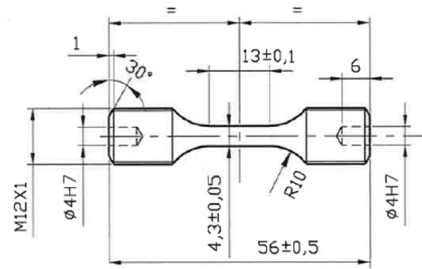


Figure I.37 – Géométrie des éprouvettes d'essais mécaniques.

Toutes les éprouvettes ont été polies mécaniquement à l'aide de papiers SiC jusqu'au grade de 4000 puis au spray diamanté jusqu'au grade de $1\mu\text{m}$. Seules les éprouvettes destinées aux essais de fluage ont été polies jusqu'au grade de 4000, puisque l'endommagement en fluage est majoritairement volumique.

Ces étapes de polissage permettent de limiter l'effet à la fois de l'état de surface vis-à-vis de l'amorçage de fissure et des contraintes résiduelles [Petitjean, 2003]. Une méthode de polissage rigoureuse a été mise en place pour éviter tout effet dispersif. La dernière étape de polissage a, de plus, été systématiquement réalisée dans le sens de la partie utile des échantillons (i.e parallèle à la direction du chargement mécanique).

I.3.2 Essais de fluage

I.3.2.a Fluage sous air

Les essais de fluage sous air à 700°C et 800°C ont été réalisés sur une machine de type Adamel équipée d'un four à résistance (Figure I.38).



Figure I.38 – Machine de fluage sous air de type Adamel

Une fois la température stabilisée, les éprouvettes sont soumises à une charge constante calculée en fonction de leur section initiale. La déformation au cours de l'essai est mesurée via un capteur LVDT (Linear Variable Displacement Transducer) et l'acquisition des données est assurée par le logiciel Measure FoundryTM.

Des essais de fluage interrompus ont été réalisés à des taux de déformation plastique de 0,5%, 1%, 2% et 5%. L'arrêt s'est fait sous charge jusqu'à refroidissement complet pour figer les structures de déformation et d'endommagement développés à chaud.

I.3.2.b Fluage sous vide

Les essais de fluage sous vide à 700°C ont été réalisés sur une machine hydraulique Instron 1271 équipée d'une enceinte sous vide secondaire (environ 10^{-5} Pa) et d'un four rayonnant pouvant atteindre 1250°C.

I.3.3 Essais de fatigue oligocyclique, fatigue-fluage et traction

La géométrie des éprouvettes permet l'utilisation d'un extensomètre équipé de couteaux en carbure de silicium de base 10mm et de course ± 2 mm. Les couteaux de l'extensomètre se fixent sur la partie utile polie de l'éprouvette à l'aide de deux points de colle céramique destinés à éviter les glissements (Figure I.39).



Figure I.39 – Points de colle sur lesquels sont apposés les couteaux de l'extensomètre (colle composée d'une poudre céramique)

Les essais de fatigue oligocyclique, de fatigue-fluage et de traction ont été réalisés sur une machine électromécanique Instron 8862 équipée d'un four à lampes et d'un cellule de charge de capacité 100 kN (Figure I.40). La déformation a été suivie grâce à l'extensomètre décrit précédemment.

Les essais de fatigue et fatigue-temps de maintien ont été pilotés en contrôle de charge. La génération du signal ainsi que l'acquisition des données utilisent les logiciels Instron LCF ou Wavematrix. Les essais de traction ont été, quant à eux, pilotés en vitesse de déformation imposée et l'acquisition numérique a été doublée par une table traçante.

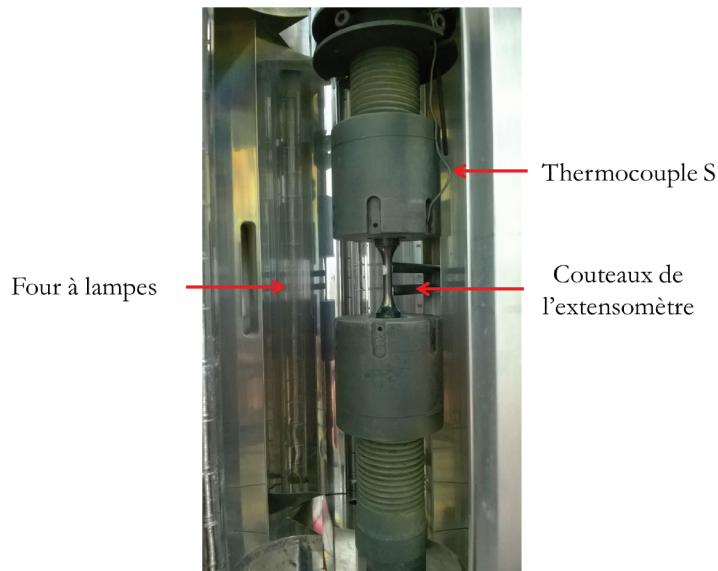


Figure I.40 – Éprouvette disposée dans l'enceinte du four à lampes.

Tous les essais sur cette machine ont été réalisés à 700°C. Le choix de cette température n'est pas anodin. En effet, cette température est suffisamment basse pour que la microstructure de précipitation n'évolue pas ou peu au cours de l'essai (cf partie 2,III, 2). Il convient désormais de préciser quelques paramètres d'essai.

* Essais de traction

Deux vitesses de déformation imposées initiales ont été choisies : $10^{-4}s^{-1}$ et $5 \times 10^{-3}s^{-1}$. La vitesse la plus élevée est similaire à celle de montée/descente en charge des cycles des essais de fatigue et de fatigue-temps de maintien.

* Essais de fatigue et de fatigue-temps de maintien

Deux essais de fatigue oligocyclique ont été réalisés à 850 MPa et 1050 MPa. Le rapport de charge est de 0.05, signifiant que l'éprouvette ne passe jamais en compression (Figure I.41.a)). La fréquence du signal est de 0,5 Hz.

Les essais de fatigue-fluage ont tous été réalisés à 850 MPa et à rapport de charge positif ($R=0,05$). Les temps de maintien en charge Δt s'échelonnent de 1s à 3600s (Figure I.41.b)).

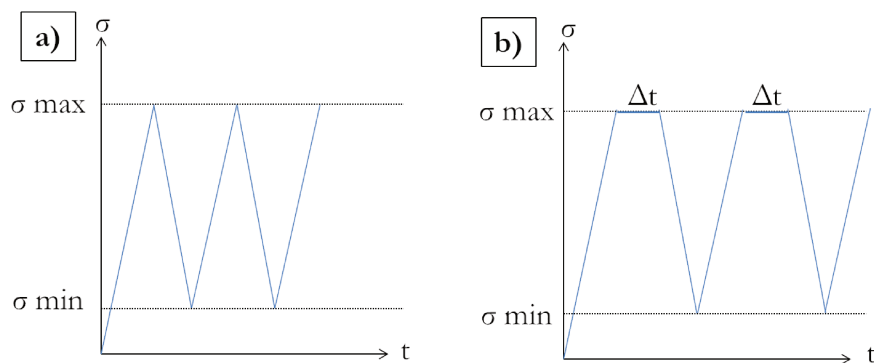


Figure I.41 – (a) Signal triangulaire en fatigue et (b) Signal trapézoïdal en fatigue-temps de maitien

Des essais de fatigue-fluage interrompus à 700°C-850 MPa ont été réalisés jusqu'à des taux de déformation plastique de 0,2% et 0,57% avec un temps de maintien de 10s. Ces essais ont également été interrompus sous charge jusqu'à refroidissement complet. Dès que la température du four a atteint une température proche de l'ambiante, la décharge mécanique a été réalisée.

I.3.4 Étalonnage de la température

Comme tous les essais se sont déroulés à 700°C et à 800°C, il était alors nécessaire de s'assurer que la température au sein des fours était correctement étalonnée.

Ainsi des calibrations en température ont été régulièrement faites afin d'éviter toute dérive thermique lors des essais. En effet, il est impossible de souder ou de ligaturer un thermocouple en surface pour piloter la température, au risque de provoquer l'amorçage de fissures localisé sur les points de contact avec le thermocouple lors des essais de fatigue et de fatigue-temps de maintien en particulier. Ainsi, un pilotage thermique déporté est réalisé, sur un thermocouple fixe proche du mors supérieur de la ligne d'amarrage. Afin de déterminer la température de régulation, une éprouvette a été usinée dans le matériau d'étude. Cette éprouvette de calibration est de même géométrie, et est percée de trois trous borgnes de 1,5 mm de profondeur ; trous répartis sur la partie utile de l'éprouvette (Figure I.42) dans lesquels se fixent trois thermocouples K. Cette éprouvette de calibration possède le même état de surface que les éprouvettes d'essai.

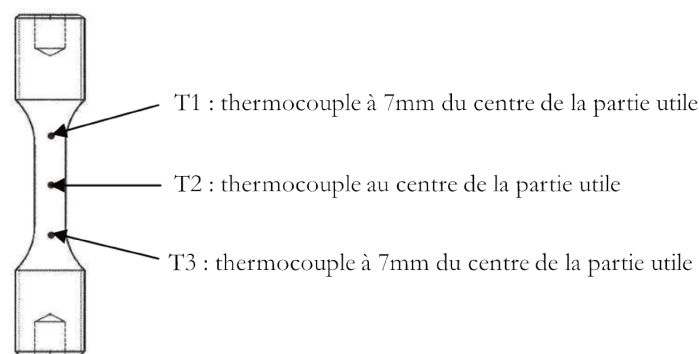


Figure I.42 – Éprouvette de calibration percée de trois trous borgnes dans lesquels sont fixés des thermocouples K

La montée en température sur la machine de fluage Adamel ainsi que la stabilisation thermique dure environ 14h. Sur la machine électromécanique Instron 8862, la montée en température a toujours été programmée pour tous les essais cycliques et de traction jusqu'à atteindre la température de consigne. Cette dernière est susceptible de changer légèrement selon la propreté des parois du four. En moyenne, la montée en température dure 30 min. L'extensomètre est alors apposé sur les points de colle et la stabilisation thermique des couteaux, de l'éprouvette et du four nécessite environ 4 heures. Les résultats obtenus sur le sur-vieillessement thermique (cf Chapitre II) permettent d'affirmer que la microstructure de l'éprouvette n'est pas affectée par la durée de mise en chauffe et de stabilisation, que ce soit sur le banc de fluage ou sur la machine électromécanique 8862.

BIBLIOGRAPHIE

- ASTM (1997). Specialty handbook, Heat Resistant Materials. *In Davis and associates (Eds), ASTM International.*
- BOND, B., BRIEN, C., RUSSELL, J., HEANEY, J. et LASONDE, M. (2014). René 65 billet material for forged turbine components. *In Proceeding of the 8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, pages 107–118, Pittsburg, PA, USA. TMS.
- C. BARRETT et MASSALSKI, T. (1980). *Structure of Metals - 3rd revised edition*. Pergamon Press.
- CHRISTIAN, J. (2002). *The theory of transformations in metals and alloys*. Pergamon Press, oxford édition.
- CONNOR, L. D., STONE, H. J., COLLINS, D. M., PREUSS, M., HARDY, M. C. et RAE, C. M. F. (2014). The effect of cooling rate from solution on the lattice misfit during isothermal aging of a nickel base superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 45(5):2436–2444.
- DANFLOU, H., MARCIA, M., SANDERS, T. et KHAN, T. (1996). Mechanisms of formation of serrated grain boundaries in nickel base superalloys. *In Proceedings of the 8th International Symposium on Superalloys*, pages 119–127, Seven Springs, PA, USA. TMS.
- DEMPSTER, I., CAO, W.-D., KENNEDY, R., BOND, B., AURRECOECHA, J. et LIPSCHUTZ, M. (2005). Structure and property comparison of Allvac 718Plus alloy and waspaloy forgings. *In Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives*, pages 155–164, Pittsburg, PA, USA. TMS.
- DEVAUX, A., PICQUE, B., GERVAIS, M., GEORGES, E., POULAIN, T. et HERITIER, P. (2012). AD730 a nickel based superalloy for high temperature engine rotative parts. *In Proceedings of the 12th International Symposium on Superalloys*, pages 911–919, Seven Springs, PA, USA. TMS.
- FLAGEOLET, B., JOUIAD, M., VILLECHAISE, P. et MENDEZ, J. (2005). On the role of gamma particles within gamma prime precipitates on damage accumulation in the P/M nickel-base superalloy N18. *Materials Science and Engineering A*, 399:199–205.

- FURRER, D. et FECHT, H.-J. (2000). Microstructure and Mechanical Property Development in Superalloy U720LI. In *Proceedings of the 9th International Symposium on Superalloys*, pages 415–424, Seven Springs, PA, USA. TMS.
- GU, Y., ZHONG, Z., YUAN, Y., OSADA, T., CUI, C., YOKOKAWA, T. et HARADA, H. (2012). An advanced cast and wrought superalloy (TMW-4M3) for turbine disk applications beyond 700C. In *Proceedings of the 12th International Symposium on Superalloys*, pages 903–910, Seven Springs, PA, USA. TMS.
- HEANEY, J., LASONDE, M., POWELL, A., BOND, B., CHRISTOPHER, M. et BRIEN, O. (2014). Development of a new cast and wrought alloy (René 65) for high temperature disk applications. In *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, pages 67–77, Pittsburg, PA, USA. TMS.
- JAIN, S., EWING, B. et YIN, C. (2000). The Development of Improved Performance PM Udimet 720 Turbine Disks. In *Proceedings of the 9th International Symposium on Superalloys*, pages 785–794, Seven Springs, PA, USA. TMS.
- JOUIAD, M., MARIN, E., DEVARAPALLI, R., CORMIER, J., RAVAU, F., LE GALL, C. et FRANCHET, J.-M. (2016). Microstructure and mechanical properties evolutions of alloy 718 during isothermal and thermal cycling over-aging. *Materials and Design* (In press).
- KENNEDY, R. L. (2005). Allvac 718PLUS, Superalloy for the next forty years. In *Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives*, pages 1–14, Pittsburg, PA, USA. TMS.
- KONTIS, P., KARLSSON, F. et REED, R. (2014). Effect of boron on mechanical properties of a new polycrystalline superalloy. In *Proceedings of Eurosuperalloys*, MATEC Web of Conferences 14 (17003), Giens, France. TMS.
- LAURENCE, A. (2012). Etude des relations entre les traitements thermiques, la microstructure et le comportement mécanique de l'alliage base nickel René 65. Rapport de Master, Institut Pprime/ISAE-ENSMA.
- MAO, J., CHANG, K., YANG, W., FURRER, D., RAY, K. et VAZE, S. (2002). Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy Rene88DT. *Materials Science and Engineering A*, 332:318–329.
- MAO, J., CHANG, K.-M., YANG, W., RAY, K., VAZE, S. P. et FURRER, D. U. (2001). Cooling Precipitation and Strengthening Study in Powder Metallurgy Superalloy U720Li. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 32A:2441–2452.
- MINEUR, M., VILLECHASSE, P. et MENDEZ, J. (2000). Influence of the crystalline texture on the fatigue behavior of a 316L austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, 286:257–268.
- MITCHELL, R., PREUSS, M. et HARDY, M. (2008). The influence of cooling rate from temperatures above the gamma prime solvus on morphology, mismatch and hardness in advanced polycrystalline nickel base superalloys. *Materials Science and Engineering A*, 473:158–165.
- MITCHELL, R., PREUSS, M., HARDY, M. et TIN, S. (2006). Influence of composition and cooling rate on constrained and unconstrained lattice parameters in advanced polycrystalline nickel base superalloys. *Materials Science and Engineering A*, 423:282–291.

- MITCHELL, R. J., LI, H. Y. et HUANG, Z. W. (2009). On the formation of serrated grain boundaries and fan type structures in an advanced polycrystalline nickel base superalloy. *Journal of Materials Processing Technology*, 209:1011–1017.
- MOLINS, R., ANDRIEU, E. et PINEAU, A. (1991). Overaging, deformation and rupture micro-mechanisms of Alloy 718 in relation to notch creep rupture strength. In *Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives*, pages 589–602, Pittsburg, PA, USA. TMS.
- MORRISON, D. (1994). Influence of grain size and texture on the cyclic stress strain response of nickel. *Materials Science and Engineering A*, 187:11–21.
- PANG, H. et REED, P. (2003). Fatigue crack initiation and short crack growth in nickel based turbine disc alloys - the effects of microstructure and operating parameters. *International Journal of Fatigue* 25, pages 1089–1099.
- PETITJEAN, S. (2003). *Influence de l'état de surface sur le comportement en fatigue à grand nombre de cycles de l'acier inoxydable austénitique 304L*. Thèse de doctorat, Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et Aérotechnique, Poitiers (France).
- POLLOCK, T. M. et TIN, S. (2006). Nickel Based Superalloys for Advanced Turbine Engines : Chemistry, Microstructure and Properties. *Journal of Propulsion and Power*, 22:361–374.
- RADAVICH, J. (1992). High temperature degradation of Alloy 718 after logtime exposures. In *Proceedings of the 7th International Symposium on Superalloys*, Seven Springs, PA, USA. TMS.
- RADIS, R., SCHAFFER, M., ALBU, M., KOTHLEITNER, G., PÖLT, P. et KOZESCHNIK, E. (2009). Multimodal size distributions of gamma prime precipitates during continuous cooling of Udimet 720Li. *Acta Materialia*, 57:5739–5747.
- REED, R. (2006). *The Superalloys, Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, Cambridge, UK.
- SCHAFRIK, R., WARD, D. et GROH, J. (2001). Application of Alloy 718 in GE Aircraft Engines : Past, Present and Next Five Years. In *Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives*, pages 1–11, Pittsburg, PA, USA. TMS.
- SINGH, A., NAG, S., CHATTOPADHYAY, S., REN, Y., TILEY, J., VISWANATHAN, G., FRASER, H. et BANERJEE, R. (2013). Mechanisms related to different generations of gamma prime precipitation during continuous cooling of a nickel base superalloy. *Acta Materialia*, 61:280–293.
- TER-OVANEISSIAN, B. (2011). *Etude comparative de différents superalliages base Ni pour ressorts de système de maintien*. Thèse de doctorat, Thèse de l'Institut National Polytechnique de Toulouse.
- TEZENAS DU MONTCEL, H., NAZÉ, L., MAUREL, V., SOUAI, N., LOGÉ, R. et GUÉDOU, J. (2009). Ingénierie des joints de grains dans les alliages à base Nickel. In *19ème Congrès Français de Mécanique*, pages 1–6.
- TILEY, J., VISWANATHAN, G., SRINIVASAN, R., BANERJEE, R., DIMIDUK, D. et FRASER, H. (2009). Coarsening kinetics of gamma prime precipitates in the commercial nickel base superalloy Rene88DT. *Acta Materialia*, 57:2538–2549.

- TORSTER, F., BAUMEISTER, G., ALBRECHT, J., LIJTJERING, G. et DAEUBLER, M. A. (1997). Influence of grain size and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of the nickel base superalloy U 720 Li. *Materials Science and Engineering*, 236:189–192.
- VAUNOIS, J.-R., CORMIER, J., VILLECHaise, P., DEVAUX, A. et FLAGEOLET, B. (2010). Influence of both gamma prime distribution and grain size on the tensile properties of UDIMET 720Li at room temperature . *In Superalloy 718 and Derivatives*, pages 199–213, Pittsburgh, PA, USA. TMS.
- WHITTENBERGER, J. (1987). *Superalloys II*. John Wiley and Sons.
- WILLIAMS, J. et STARKE, E. (2003). Progress in structural materials for aerospace systems. *Acta Materialia*, 51:5775–5799.
- WLODEK, S., KELLY, M. et ALDEN, D. (1996). The structure of Rene 88DT. *In Proceedings of the 8th International Symposium on Superalloys*, pages 129–136, Seven Springs, PA, USA. TMS.
- ZHONG, Z., GU, Y., YUAN, Y., OSADA, T. et CUI, C. (2011). Effect of Solution Temperature on the Microstructure and Mechanical Properties of a Newly Developed Superalloy TMW-4M3. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 43(3):1017–1025.

CHAPITRE

II

CARACTÉRISATION DU
SUR-VIEILLISSEMENT
MICROSTRUCTURAL DU RENÉ 65

Sommaire

Introduction	55
II.1 Le sur-vieillissement métallurgique dans les superalliages base Nickel	57
II.1.1 Sur-vieillissement à l'échelle granulaire	58
II.1.2 Sur-vieillissement à l'échelle de la précipitation	59
II.1.3 Phases intermétalliques Topologiquement Compactes (TCP)	64
II.2 Le sur-vieillissement thermique dans le René 65	67
II.2.1 À l'échelle granulaire	67
II.2.2 À l'échelle de la précipitation intragranulaire	71
II.2.3 Précipitation de phases TCP	75
II.3 Méthodologie permettant de découpler les effets du vieillissement thermique statique sur les propriétés mécaniques	84
II.3.1 Principe de la méthode	84
II.3.2 Relation entre \dot{T}_c et $\phi_{\gamma'_{II}}$	85
II.3.3 Synthèse	96

Introduction

Ce chapitre débute par une étude bibliographique de l'impact du sur-vieillissement thermique sur la microstructure des superalliages base nickel, que ce soit à l'échelle des grains ou de la précipitation intragranulaire.

Par la suite, l'impact des divers sur-vieillissements réalisés sur la microstructure du René 65 est décrit et analysé. Ces sur-vieillissements conduisent à deux évolutions microstructurales majeures, à savoir le grossissement des précipités γ' intragranulaires et la précipitation de particules TCP. Le rôle de ces dernières sur les propriétés mécaniques des superalliages n'étant pas clairement connu, il devient alors primordial de comprendre et de quantifier leur rôle.

Une méthodologie originale, basée sur des traitements thermiques adaptés, est alors mise en place. Décrite à la fin de ce chapitre, cette méthode a ainsi pour objectif de dissocier le rôle des particules TCP du grossissement des précipités γ' sur les propriétés mécaniques.

II.1 Le sur-vieillissement métallurgique dans les superalliages base Nickel

Au cours d'un vol, les disques de turbine subissent un cyclage thermo-mécanique entre le décollage et l'atterrissage qui peut être traduit par l'évolution de la TET en fonction du temps de vol (Figure II.1).

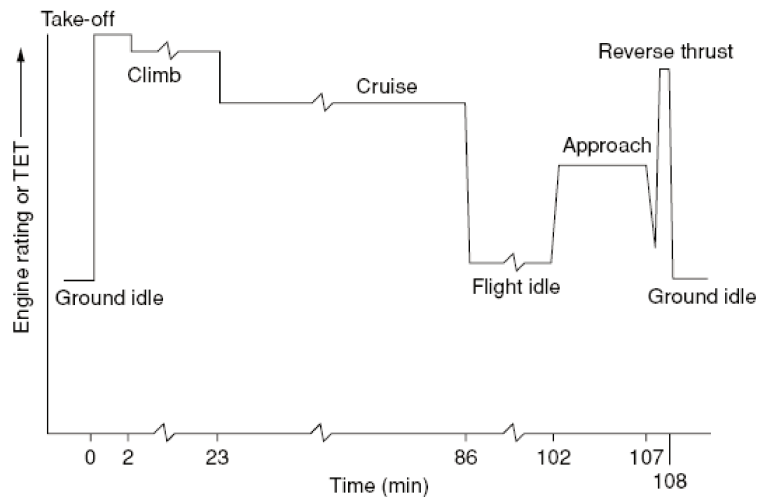


Figure II.1 – Évolution de la température d'entrée des gaz au niveau des disques de turbine (TET) au cours d'un vol type d'avion civil [Reed, 2006].

À chaque vol, considéré comme un cycle de chargement, des variations temporelles de la température (qui peut atteindre 800°C au cours des transitoires thermiques tel que le décollage), ainsi que des variations de chargement mécanique sont donc imposées aux matériaux. Bien que les superalliages soient généralement stables jusqu'à de hautes températures, ce cyclage peut induire dans certains cas un sur-vieillissement métallurgique¹. De telles évolutions microstructurales peuvent survenir tant à l'échelle granulaire qu'à l'échelle de la précipitation. En parallèle, des carbures/borures, ainsi que des phases intermétalliques telles que les Phases Topologiquement Compactes (TCP) peuvent précipiter au cours du sur-vieillissement. Il est donc important d'évaluer à quel point ce sur-vieillissement agit effectivement, quelles sont les conditions qui le favorisent et surtout qu'elles en sont les conséquences en termes de propriétés mécaniques et de durabilité.

Dans ce chapitre, l'impact du sur-vieillissement thermique sur la microstructure des superalliages base nickel sera dans un premier temps abordé de manière générale avant de détailler les spécificités concernant le René 65.

1. Le sur-vieillissement ne doit pas être confondu ici avec les traitements thermiques de vieillissement appliqués après la mise en solution lors d'un traitement thermique standard, et dont l'objectif est d'optimiser les propriétés mécaniques via la microstructure de précipitation fine.

II.1.1 Sur-vieillissement à l'échelle granulaire

La croissance de grains induite par le sur-vieillissement thermique est un phénomène extrême, qui peut survenir suite à la dissolution de la phase durcissante γ'_I et/ou des carbures secondaires qui limitent la mobilité des joints de grains. Pour que la croissance de grains ait lieu, il est nécessaire que la température de sur-vieillissement soit supérieure (ou très proche) à la température de solvus de la phase γ' (qui dépend de la composition chimique de l'alliage), ainsi qu'à la température de dissolution des carbures secondaires. Ces derniers, qui précipitent aux joints de grains au cours du processus d'élaboration ou des traitements thermiques de revenu si la teneur en B, C, Hf et Zr est suffisamment élevée [Pollock et Tin, 2006] [Versnyder et Shank, 1970], permettent en effet de contrôler la taille des grains lors des traitements thermiques standards. Ils jouent un rôle d'ancrage des joints de grains comme les précipités γ' intergranulaires (effet Zener-pinning).

Par exemple, dans l'Inconel 625, dont la taille de grains est contrôlée par la présence de carbures secondaires aux joints de grains, il a été démontré qu'un vieillissement d'au moins 1000 heures à 900°C était nécessaire pour dissoudre les carbures secondaires et ainsi libérer la croissance des grains (Figure II.2) [Mataveli Suave *et al.*, 2014].

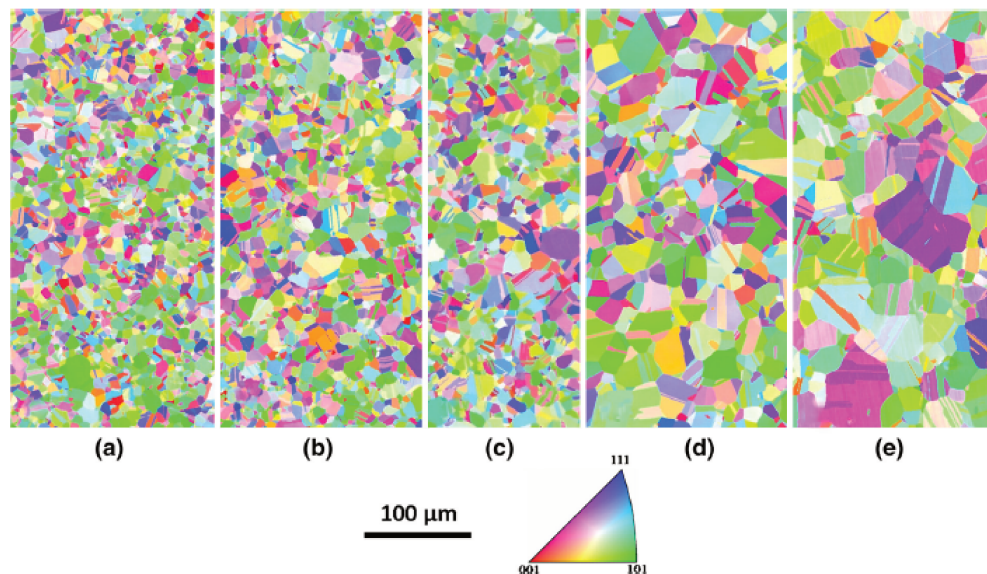


Figure II.2 – Évolution du squelette granulaire de l'Inconel 625 (a) sans vieillissement, (b) après 100h, (c) 1000h, et (d) 2000h à 900°C et après 5 min à 1090°C (e) [Mataveli Suave *et al.*, 2014].

La figure II.3 illustre quantitativement le lien entre la dissolution des carbures secondaires intergranulaires et la croissance des grains. Une évolution de la texture cristallographique est également associée à la croissance des grains, en raison du processus de laminage préalablement subi par les échantillons [Mataveli Suave *et al.*, 2014].

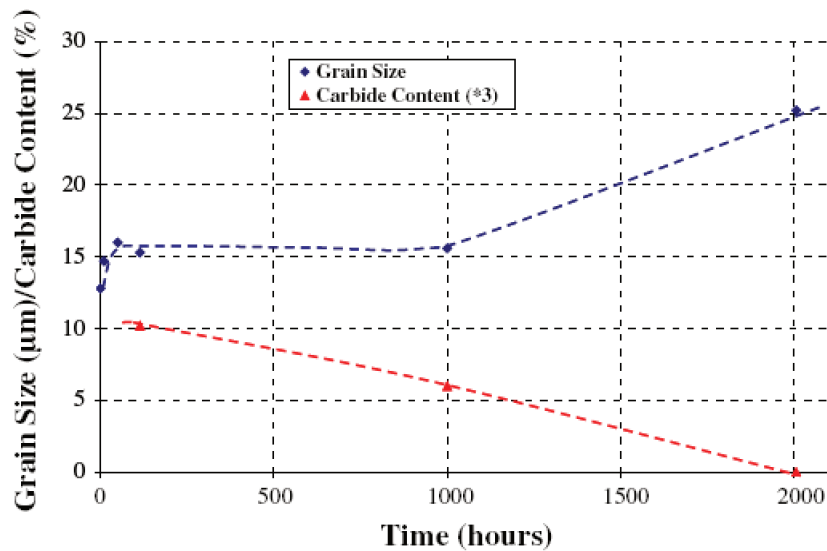


Figure II.3 – Évolution de la taille moyenne des grains et de la fraction volumique des carbures en fonction du temps de vieillissement à 900°C [Mataveli Suave *et al.*, 2014].

Dans tous les cas, un sur-vieillissement conduisant à une telle évolution du squelette granulaire correspondrait à des niveaux de température particulièrement élevés et donc plus à un dysfonctionnement moteur qu'à un fonctionnement standard dans le cas d'un alliage γ/γ' . C'est donc en intragranulaire à l'échelle de la précipitation qu'il faut attendre le plus d'effets de vieillissement qui pourraient être représentatifs de certaines conditions de service. Ce point fait l'objet du paragraphe à venir II.1.2.

II.1.2 Sur-vieillissement à l'échelle de la précipitation

II.1.2.a Mécanisme de coalescence et loi de croissance LSW

Au cours d'une exposition prolongée en température, la microstructure de précipitation est sujette à des modifications notables, qui peuvent avoir des conséquences importantes sur les propriétés mécaniques (cf Chapitre III). En effet, la microstructure issue des étapes de traitements thermiques standards (mise en solution/refroidissement + revenu(s)) n'est pas tout à fait à l'équilibre thermodynamique. C'est pourquoi, au cours de sur-vieillissements, les plus petits précipités γ' intragranulaires vont coalescer ou se dissoudre au profit des plus gros γ' afin d'abaisser l'énergie d'interface au maximum. Ce processus, décrit initialement par Ostwald, est communément appelé "mûrissement d'Ostwald" [Ostwald, 1901].

Ce mécanisme de coalescence est gouverné non seulement par une différence de concentration en éléments précipitants au voisinage des plus petits γ' intragranulaires par rapport à celle au voisinage des plus gros, mais aussi par le rayon de ces petits précipités. En admettant que les précipités soient sphériques, Greenwood fût le premier à mettre en évidence l'existence d'un rayon critique R_c de coalescence au-delà duquel la coalescence d'un petit précipité au profit d'un gros a lieu, ou en-dessous duquel il se redissout dans la matrice (Figure II.4).

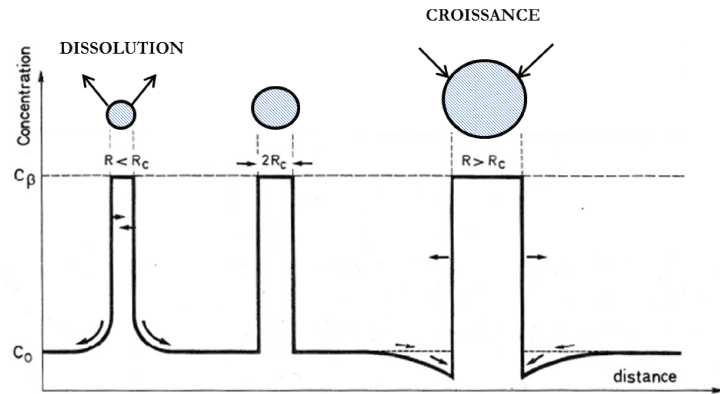


Figure II.4 – Coalescence ou dissolution d'un précipité en fonction de son rayon et de sa concentration à l'interface à l'instant t (R_c rayon critique, C_0 la concentration loin du précipité et C_β concentration en éléments précipitants) [Greenwood, 1956].

En 1961, Lifshitz et Slyosov ainsi que Wagner ont développé une loi qui permet de prendre en compte cette évolution de croissance des précipités en régime quasi permanent [Lifshitz et Slyosov, 1961] [Wagner, 1961]. Cette loi repose sur des hypothèses fortes, mais elle reste néanmoins vérifiée dans beaucoup de superalliages base nickel contenant une distribution homogène de précipités dans la matrice. Ces hypothèses sont les suivantes :

- Les deux phases sont des composés parfaits.
- Les particules sont assimilées à des sphères.
- La fraction volumique de la phase γ' est faible, typiquement inférieure à 0,2 (milieu faiblement sursaturé).
- La diffusion en volume dans la matrice est le phénomène limitant grâce aux faibles coefficients de diffusion des atomes γ' -gènes Ni, Ti et Al².

La loi correspondante, appelée loi LSW, traduit ainsi une croissance des précipités en $t^{1/3}$ selon l'équation suivante :

$$\langle d \rangle^3 - \langle d_0 \rangle^3 = C.t = \frac{64D\sigma N_\infty}{9RT}.t \quad (\text{II.1})$$

$$D = D_0 \cdot \exp \frac{-Q}{RT} \quad (\text{II.2})$$

Avec :

$\langle d \rangle$ diamètre moyen des précipités intragranulaires secondaires ou tertiaires selon la terminologie employées (cf Partie 1)

$\langle d_0 \rangle$ leur diamètre moyen à l'instant $t = 0$

D coefficient de diffusion efficace de l'élément précipitant dans la matrice

D_0 coefficient de diffusion des éléments γ' -gènes dans la matrice

σ énergie d'interface γ/γ'

2. En effet, un autre processus appelé "réaction à l'interface" peut être à l'origine de la croissance des précipités par agrégation d'éléments γ' -gènes sur les précipités.

N_{∞} la concentration à l'équilibre de la phase γ' dans la matrice

R la constante des gaz parfait et T la température

Q l'énergie d'activation de la diffusion

La loi LSW fût vérifiée dans de nombreux superalliages base nickel [Stevens et Flewitt, 1979] [Ges *et al.*, 1997] [Ges *et al.*, 2007]. Par exemple, Sharghi-Moshtaghin *et al.* ont montré que la croissance des γ'_{II} dans l'Inconel 738LC suivait la loi LSW au début du sur-vieillissement, et ce, quelle que soit la température (Figure II.5.a). Billot *et al.* ont mis en évidence le même phénomène concernant les particules γ'_{III} dans l'Udimet 720Li (Figure II.5.b).

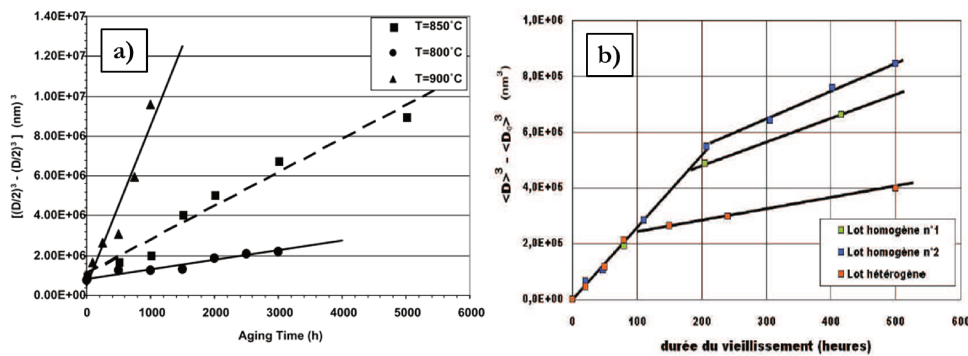


Figure II.5 – Évolution de type LSW en fonction du temps de vieillissement dans (a) l'Inconel 738LC [Sharghi-Moshatghin et Asgari, 2004] (b) l'Udimet 720Li [Billot, 2010].

Cependant, ces auteurs s'accordent à dire que la croissance expérimentale des précipités intragranulaires dans ces deux superalliages présente une déviation par rapport à la tendance en $t^{1/3}$ de la loi LSW pour de longs temps de sur-vieillissement (déviation mise en évidence Figure II.5.b). Ce phénomène a été largement constaté dans les récentes études relatives à la croissance de ces précipités [Sharghi-Moshatghin et Asgari, 2004] [Billot, 2010] [Raujol, 2004] [Flageolet, 2005].

À ce jour, plusieurs hypothèses ont été proposées afin d'expliquer ce phénomène qui reste encore mal compris. Ainsi, le ralentissement de croissance observé expérimentalement au cours de sur-vieillissements prolongés à hautes températures peut être dû à :

- un effet élastique lié à une modification de morphologie des précipités, et donc à une perte de cohérence.
- la formation de phases TCP (Topologically Closed-Packed Phases).
- une instabilité thermo-dynamique de la phase γ' [Flageolet, 2005].
- la germination de γ'_{III} au début du sur-vieillissement, suivie de leur coalescence avec les γ'_{II} [Flageolet, 2005].

Il se peut également que le libre parcours moyen de diffusion devient tel que, pour de long temps de vieillissement, la cinétique de croissance s'en trouve modifiée. Cette hypothèse est

supportée par des simulations en champ de phases [Boussinot *et al.*, 2010].

Les deux premières hypothèses, davantage probables dans le René 65, feront l'objet d'une attention particulière. En revanche, les autres hypothèses ne seront pas détaillées dans ce manuscrit, car elles font référence à des cas très particuliers.

II.1.2.b Importance des interactions élastiques

La théorie classique LSW ne permet pas d'expliquer la déviation expérimentale de la cinétique de croissance des γ' intragranulaires pour de longues durées d'exposition à haute température car l'énergie de surface σ est considérée comme l'unique force motrice de la coalescence. Elle ne prend donc pas en compte les variations d'interactions élastiques entre les phases γ et γ' au cours du vieillissement en utilisant un terme σ constant dans l'équation II.1. Ces dernières sont directement liées au désaccord paramétrique δ (aussi appelé misfit par la suite) et défini ci-après :

$$\delta = \frac{2(a_{\gamma'} - a_{\gamma})}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}} \quad (\text{II.3})$$

Dans de nombreux superalliages base nickel γ/γ' , les précipités sont initialement cohérents avec la matrice, ce qui signifie que la continuité des deux réseaux cristallins est conservée aux interfaces. Néanmoins, le misfit δ entre les deux phases va générer un champ de contraintes élastiques autour des particules γ' , comme l'ont montré Pollock *et al.* sur le superalliage monocristallin CMSX-3 pour des précipités cuboïdaux [Pollock et Argon, 1992] (Figure II.6).

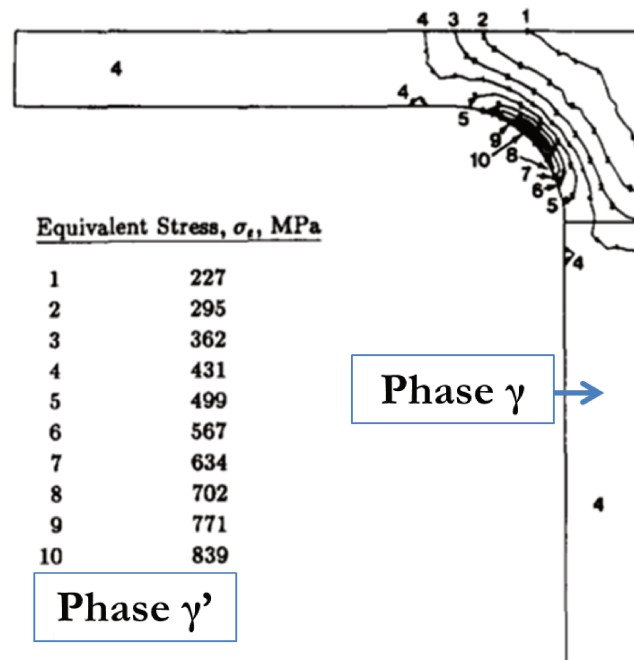


Figure II.6 – Distribution des contraintes effectives de Mises dans la matrice associées au misfit initial entre les phases γ et γ' [Pollock et Argon, 1992]

Au cours d'un sur-vieillissement, l'énergie totale du système E_t , qui est la somme des énergies de surface E_s et élastique E_e , tend à diminuer. C'est pourquoi, dans les premiers stades du sur-vieillissement, l'énergie de surface est prédominante puisqu'à l'état initial, le nombre d'interfaces γ/γ' est grand. Ainsi les précipités coalescent selon le mécanisme de mûrissement d'Ostwald pour diminuer le nombre d'interfaces (et donc le nombre de précipités intragranulaires).

Cependant, lorsque les précipités grossissent, les champs de contraintes autour de ces particules se chevauchent et interagissent. C'est alors que l'énergie élastique ($E_e \propto d^3$) prend le pas sur l'énergie de surface ($E_s \propto d^2$) et gouverne la cinétique de croissance des précipités intragranulaires. Par voie de conséquence, puisque l'énergie élastique d'interaction interparticulaire évolue, alors le misfit δ et la morphologie des précipités changent également. Cette diminution d'énergie totale du système, se traduit par une évolution progressive de la morphologie des précipités initialement sphériques, en cubes puis en octocubes (Figure II.7), par un mécanisme de "splitting" [Li et Chen, 1998] [Sequeira *et al.*, 1994] [Doi *et al.*, 2084].

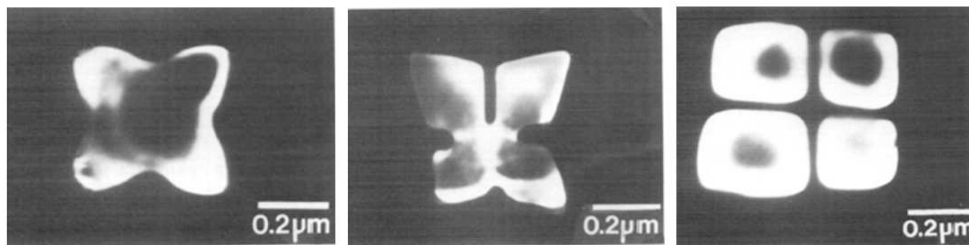


Figure II.7 – Images en microscopie en transmission de précipités γ' dans un alliage Ni-12at.%Si vieilli pendant 10 heures à 1103K. Illustration de la décomposition progressive d'un cuboïde en huit petits cuboïdes [Doi *et al.*, 2084]

Certains auteurs tels que Reppich et Schumann ont même observé une coalescence orientée des précipités pour des sur-vieillissements extrêmes, ce qui affecte considérablement la cinétique expérimentale de croissance des précipités γ' par rapport aux prédictions de la loi LSW [Reppich et Schumann, 1988]. À titre d'exemple, la Figure II.8 montre l'évolution du diamètre moyen des précipités γ' (\bar{D}) en fonction de $t^{1/3}$ dans le Nimonic 105.

Les évolutions morphologiques des précipités sont pointées par les lettres a, b et c sur le graphique, ce qui correspond aux images en microscopie en transmission sur la droite de cette figure. La coalescence orientée est, par ailleurs, un phénomène classique dans les alliages monogranulaires sur-vieillis sous charge [Tien et Copley, 1971].

De plus, des simulations en champ de phases ont montré que, quelle que soit la fraction volumique, l'évolution de la croissance des précipités – hors du domaine de linéarité de la loi LSW – est fonction du signe de ces interactions [Enomoto et Kawasaki, 1989]. Lorsque ces interactions sont attractives (ce qui signifie que $\delta < 0$), un ralentissement de la croissance est observé (Figure II.9.a). En revanche, lorsqu'elles sont répulsives ($\delta > 0$), une accélération de la croissance des précipités γ' en $t^{1/2}$ est mesurée (Figure II.9.b).

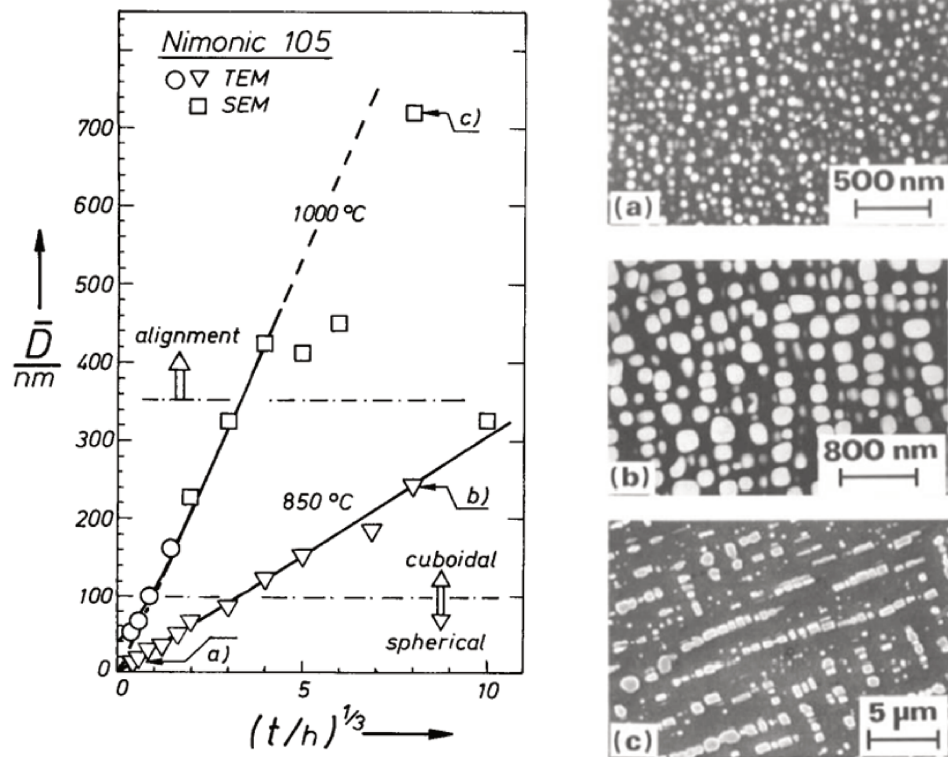


Figure II.8 – Cinétique de croissance des précipités γ' dans le Nimonic 105. Évolution de la morphologie des précipités pointée par les lettres a, b, et c (observations réalisées en microscopie en transmission) [Repich et Schumann, 1988].

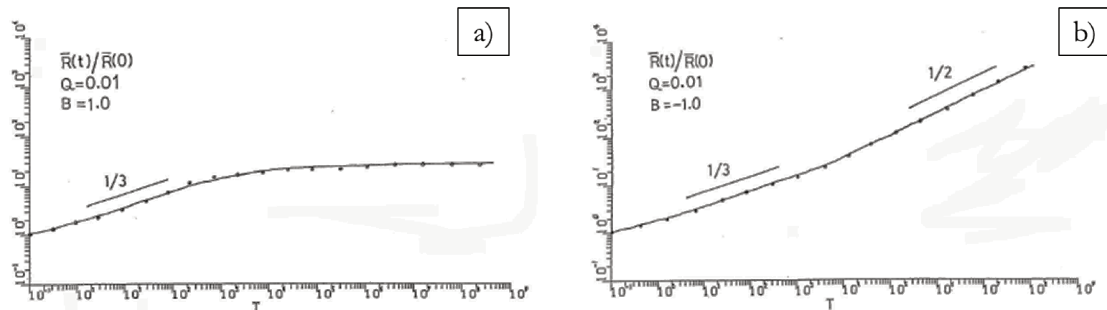


Figure II.9 – Évolution de la croissance des précipités dans le cas d'interactions attractives (a) et répulsives (b) pour une fraction volumique de précipités de $Q=0,01$ [Enomoto et Kawasaki, 1989].

Pour finir, les interactions élastiques ne sont à prendre en compte que si les conditions de sur-vieillissement sont extrêmes pour le type de matériau étudié, par exemple d'au moins 850°C -3000h pour l'IN738LC [Moshtaghin et Asgari, 2003].

II.1.3 Phases intermétalliques Topologiquement Compactes (TCP)

La précipitation de phases topologiquement compactes est favorisée au cours d'un sur-vieillissement thermo-mécanique lorsque les concentrations en éléments réfractaires (tels que le Ni, Cr, Co, Mo, W, Re) dans le matériau sont très élevées. C'est la raison pour laquelle les phases TCP précipitent préférentiellement dans les régions dendritiques des superal-

liages monocristallins [Le Graverend *et al.*, 2011].

Plusieurs phases TCP ont été répertoriées dans différents superalliages base nickel, les plus connues étant les phases P, R, σ et μ [Rae et Reed, 2001]. Leurs structures cristallographiques et compositions chimiques sont relativement complexes : par exemple, les phases P et μ ont une structure rhombohédrique, la phase R est orthorhombique alors que la phase σ est tétragonale (Tableau II.1).

TCP phase	System	Space group	Space group No.	Atoms per unit cell	Lattice parameter (nm)	α (°)
σ	Tetragonal	$P4_2/mnm$	136	30	$a=0.912$ $b=$ $c=0.472$	90
P	Orthorhombic	Pa	62	56	$a=1.690$ $b=0.471$ $c=0.904$	90
μ	Rhombohedral	R-3m	166	13	$a=0.473$ $b=$ $c=2.554$	120
R	Rhombohedral	R-3	148	53 (hex. 159)	$a=1.093$ $b=$ $c=1.934$	120

Tableau II.1 – Structures cristallographiques des principales phases TCP dans les superalliages base Nickel [Rae et Reed, 2001]

Bien que leurs structures soient complexes, elles consistent en un empilement de couches d'atomes pseudo hexagonales qui induisent des sites de coordinence élevée (de l'ordre de 16) [Rae et Reed, 2001]. Les phases TCP peuvent précipiter aux joints de grains et/ou à l'intérieur des grains dans les superalliages polycristallins. Leurs morphologies diffèrent également d'un alliage à l'autre : par exemple, la Figure II.10 montre la précipitation de phase μ sous forme de blocs aux joints de grains dans l'Inconel 617 [Krishna *et al.*, 2013] alors qu'il est possible de l'observer sous forme d'aiguilles et à l'intérieur des grains dans le K446 [Qin *et al.*, 2012].

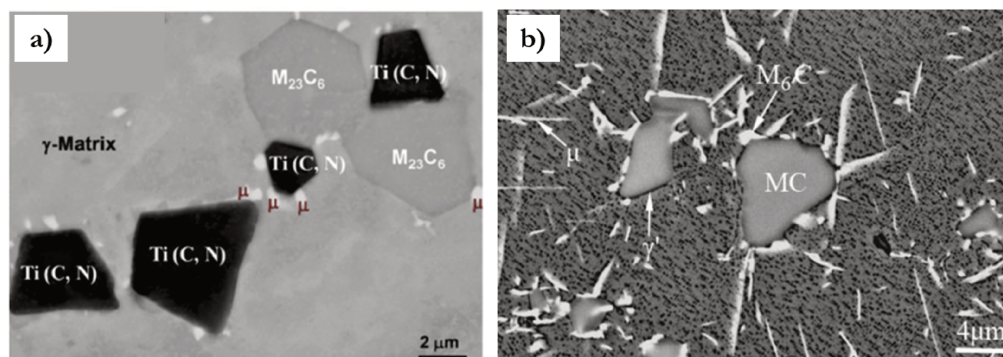


Figure II.10 – (a) Précipitation de phase μ sous forme (a) de blocs aux joints de grains dans l'Inconel 617 [Krishna *et al.*, 2013] (b) d'aiguilles à l'intérieur des grains dans le K446 [Qin *et al.*, 2012].

Leurs morphologies et leurs structures cristallographiques peuvent également évoluer au cours d'expositions prolongées à hautes températures. Comme le montrent Rae *et al.* dans les superalliages élaborés par Rolls Royce de type RR2071, les phases P et μ précipitent à partir de la phase σ au cours d'un sur-vieillissement de 500h à 900°C (Figure II.11).

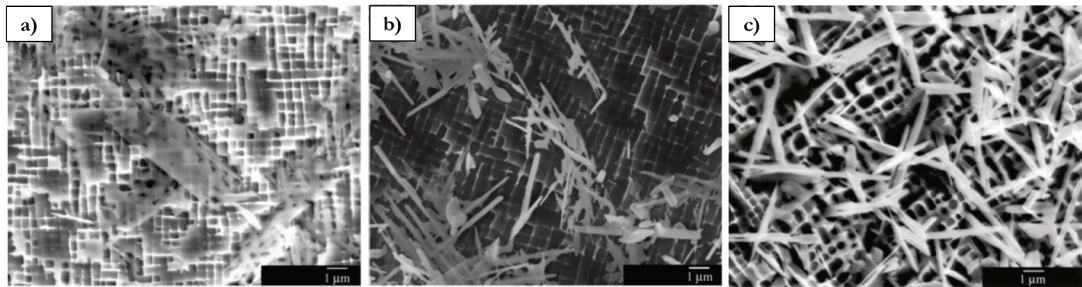
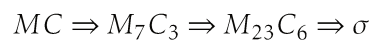


Figure II.11 – Précipitation de phase σ dans le RR2071 après 500h à 900°C (a) et nucléation de phase μ (b) et P (c) à partir de la phase σ [Rae et Reed, 2001].

De plus, Wlodek *et al.* ont montré qu'après un sur-vieillissement de 6300h à 760°C, le René 88DT était sujet à la précipitation, non seulement de carbures et borures de type $M_{23}C_6$ et M_3B_2 , mais aussi de phase μ (cf Chapitre I page 13) [Wlodek *et al.*, 1996]. Étant donné que la chimie du René 65 est très proche de celle du René 88DT, il est alors probable que la phase μ précipite également dans le superalliage de notre étude.

Plus particulièrement, les phases σ et μ sont souvent associées à la présence de carbures secondaires qui sont eux-mêmes issus des carbures primaires selon la décomposition suivante [Zhao *et al.*, 2005] [Wang *et al.*, 2012] :



Dans le superalliage monocristallin MC2, Pessah-Simonetti a observé que la cinétique de précipitation de la phase σ est plus rapide que celle de la phase μ . C'est pourquoi, après de longues expositions à haute température, un mécanisme de décomposition la phase σ en phase μ par diffusion atomique a été proposé [Pessah-Simonetti, 1994].

La précipitation de phases TCP peut également survenir au cours du sur-vieillissement en parallèle d'une rapide décroissance de la quantité de précipités γ'_{III} , ce qui peut éventuellement expliquer la déviation de la cinétique de croissance des précipités γ' par rapport aux prédictions de la loi LSW [Flageolet, 2005] [Wlodek *et al.*, 1992]. Dans le N18, Wlodek *et al.* ont constaté une diminution du nombre des précipités γ'_{III} essentiels aux propriétés mécaniques après un sur-vieillissement de 1000h à 700°C, ce qui coïncidait avec la précipitation accélérée des phases σ et μ (Figure II.12.a). Pour cette condition de sur-vieillissement, les précipités γ'_{III} riches en Cr, Co et Mo se dissoudraient à nouveau dans la matrice, ce qui favoriserait la précipitation de phases σ puis μ (Figure II.12.b). Néanmoins, cette explication ne semble pas convaincre entièrement Flageolet *et al.* car selon eux, les quantités en Co, Mo et Cr sont trop faibles dans les précipités γ'_{III} pour expliquer le ralentissement prononcé

de la cinétique de croissance de ces précipités avec la formation de phases TCP [Flageolet, 2005].

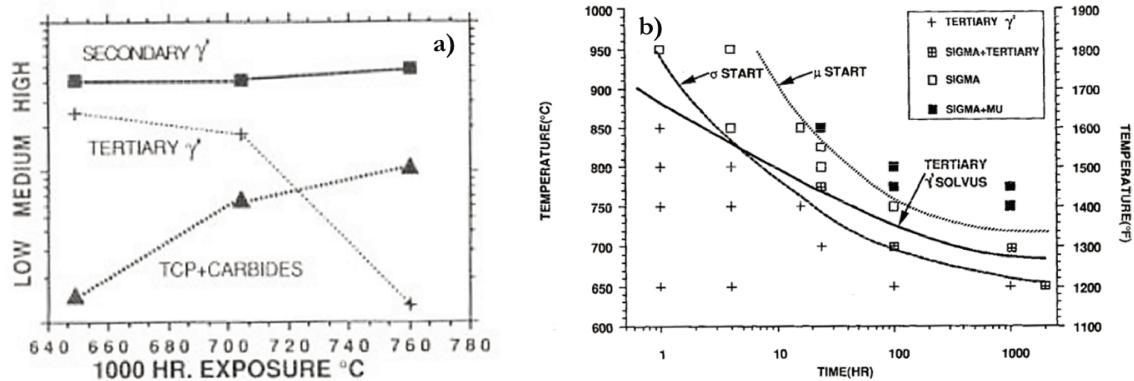


Figure II.12 – (a) Chute du nombre de précipités tertiaires après 1000h à 700°C et augmentation simultanée du nombre de phases σ et μ (b) Dissolution des précipités tertiaires riches en Cr et Mo qui favorisent la précipitation de phases σ puis μ [Wlodek *et al.*, 1992].

II.2 Le sur-vieillissement thermique dans le René 65

Les températures de fonctionnement envisagées pour les futurs disques de turbine en René 65 pour applications civiles pourront être supérieures à 650°C pour des durées prolongées. Le sur-vieillissement thermique du René 65 a donc été quantifié dans un premier temps dans une gamme de température et de temps de vieillissement compatible avec ces applications. C'est dans le chapitre III que seront traitées ces répercussions sur les propriétés mécaniques à 700°C et la durabilité de l'alliage.

Plusieurs sur-vieillissements ont été réalisés au laboratoire Pprime sur tous les états de la matière (barreau, couronne de référence et brut de forge). Ces traitements thermiques s'échelonnent entre 700°C et 925°C et sur des durées allant de 2 h à 4000 h.

Par ailleurs, dans le cadre d'une collaboration avec GE Aviation, des vieillissements à plus hautes températures ont été réalisés [Wessman *et al.*, 2016]. Ces résultats complémentaires sont présentés en Annexe C.

II.2.1 À l'échelle granulaire

Pour quantifier les évolutions microstructurales à l'échelle granulaire suite à des sur-vieillissements thermiques, plusieurs échantillons ont été analysés par diffraction en électrons rétrodiffusés grâce à un microscope électronique à balayage MEB JEOL 6100 équipé d'un module EBSD.

Quatre échantillons ont été prélevés dans l'état de référence du barreau puis vieillis entre 750°C/1000h, 800°C/1000h, 850°C/500h et 900°C/1000h. Pour rappel, dans cet état de ré-

férence, la taille moyenne des grains est d'environ $5\ \mu\text{m}$ en considérant les macles (cette valeur comprend l'ensemble des grains, y compris les zones à grains fins de l'ordre de $3\ \mu\text{m}$). Chaque microstructure vieillie a été largement cartographiée, puis analysée via le logiciel OIM. Les figures II.13 et II.14 présentent des cartographies de même taille réalisées pour l'état de référence et pour trois états de vieillissement avec le même pas de $0,5\ \mu\text{m}$.

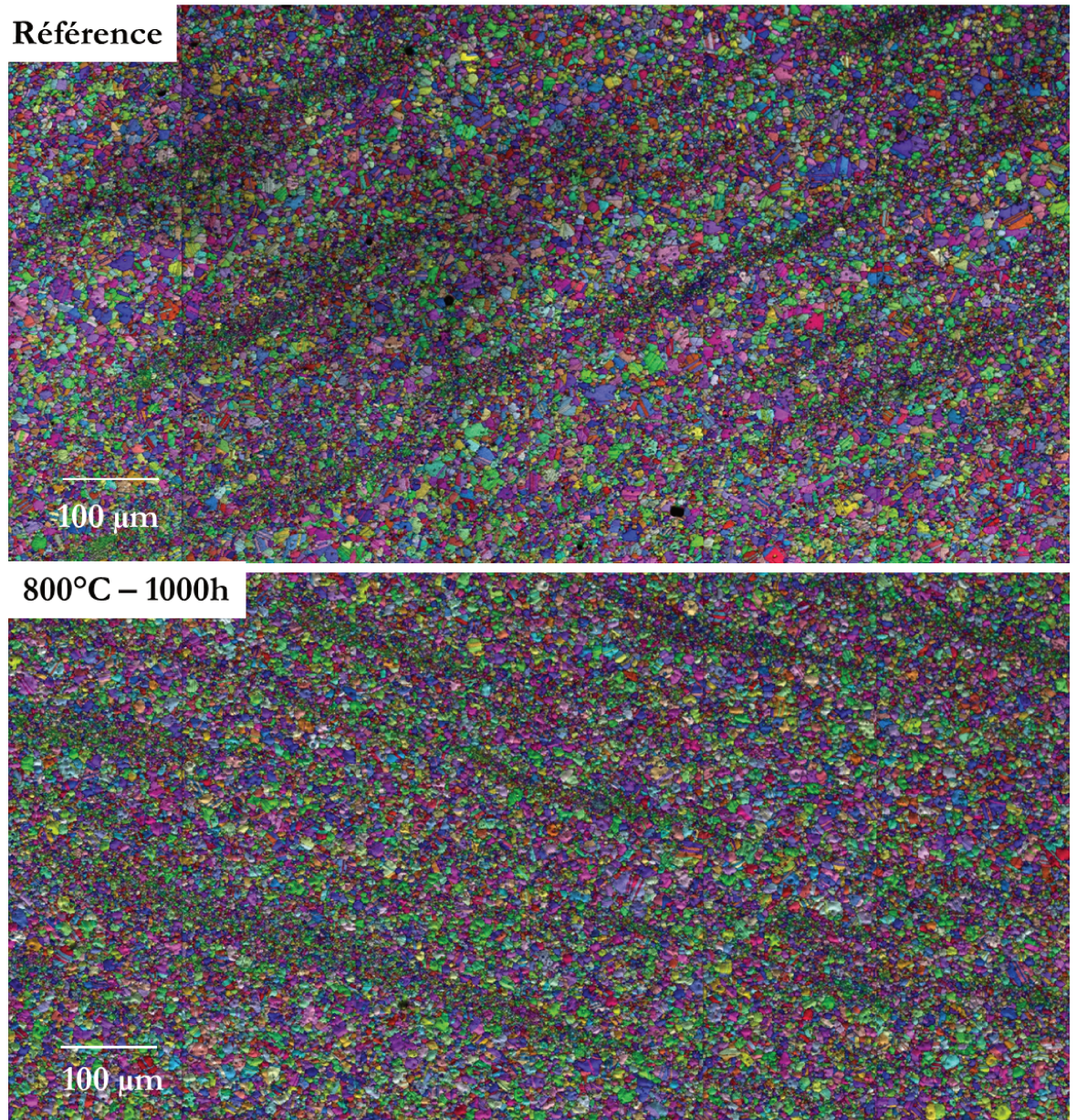


Figure II.13 – Cartographies EBSD dans l'état de référence du barreau et dans l'état sur-vieilli 1000h à 800°C.

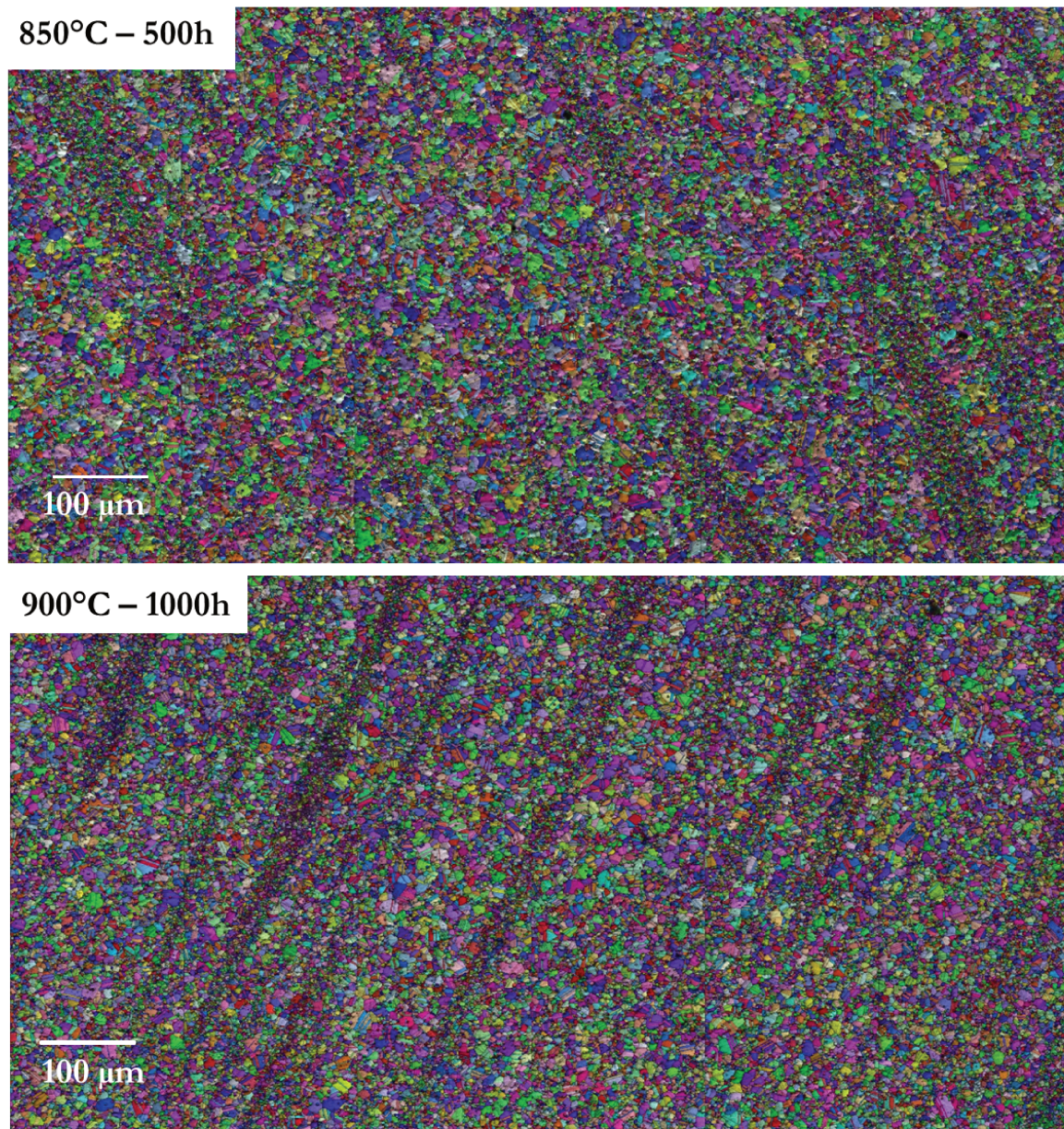


Figure II.14 – Cartographies EBSD dans les états sur-vieillis 500h à 850°C et 1000h à 900°C.

La comparaison visuelle de ces cartographies ne permet pas d'identifier d'évolution due au vieillissement. Les distributions en taille de grains ont été ensuite superposées à l'état de référence du barreau. D'après la Figure II.15, tous les échantillons vieillis présentent une distribution en taille de grains très similaire à celle de l'état de référence, avec une taille moyenne de grains d'environ 5 μm . De plus, tous les échantillons vieillis présentent également des bandes de grains fins d'environ 3 μm , parallèles entre elles, ce qui signifie qu'il n'y a pas de migration des joints de grains au cours des traitements thermiques appliqués.

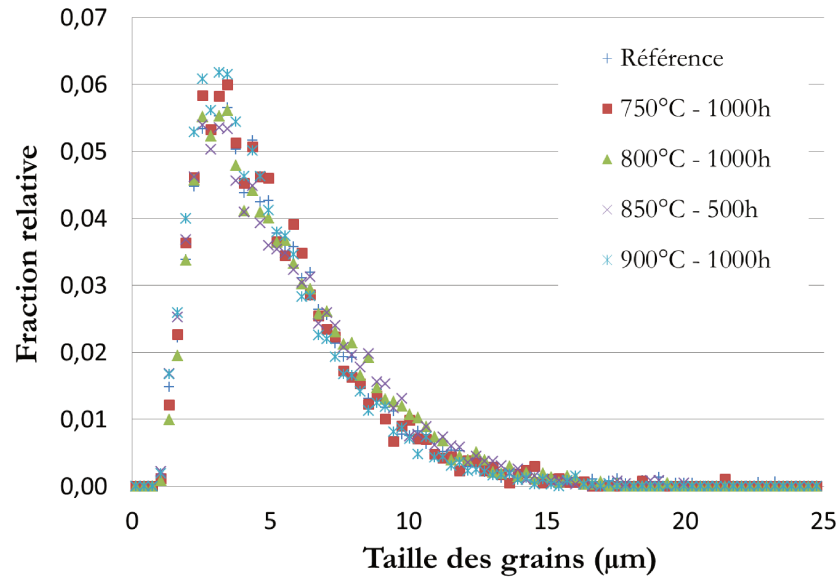


Figure II.15 – Distribution en taille de grains dans l'état de référence du barreau et dans différents états sur-vieillis.

De plus, la morphologie des précipités γ'_I n'est pas affectée par les différents traitements thermiques étudiés. Les fractions surfaciques des précipités γ'_I en fonction des conditions de sur-vieillessement sont représentées Figure II.16. Ainsi, la fraction surfacique de ces précipités est de l'ordre de 12-14%. On notera une légère diminution de la fraction pour de longues durées de vieillissement, signe que la taille moyenne de ces précipités diminue légèrement pour ces conditions de vieillissement.

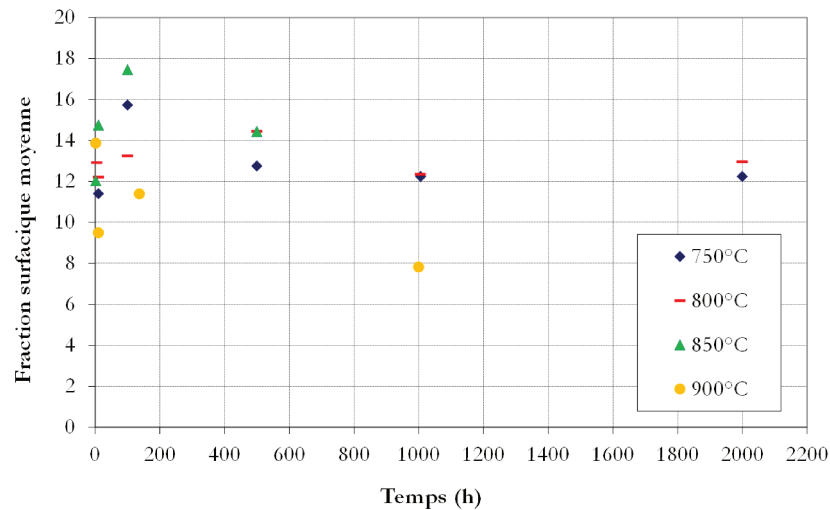


Figure II.16 – Évolution de la fraction surfacique des précipités γ'_I entre 750°C et 850°C.

Par conséquent, le sur-vieillessement thermique n'affecte pas le squelette granulaire du René 65 pour les gammes de température et de temps explorées, comme nous pouvions le penser en première approche, ces traitements thermiques étant réalisés largement sous la température de solvus de la phase γ' .

II.2.2 À l'échelle de la précipitation intragranulaire

II.2.2.a Équivalence temps-température sur la taille des précipités γ'_{II}

Les figures II.17 et II.18 montrent le grossissement des précipités γ'_{II} , soit en fonction de la température après 500 heures de vieillissement, soit en fonction du temps d'exposition à 850°C respectivement.

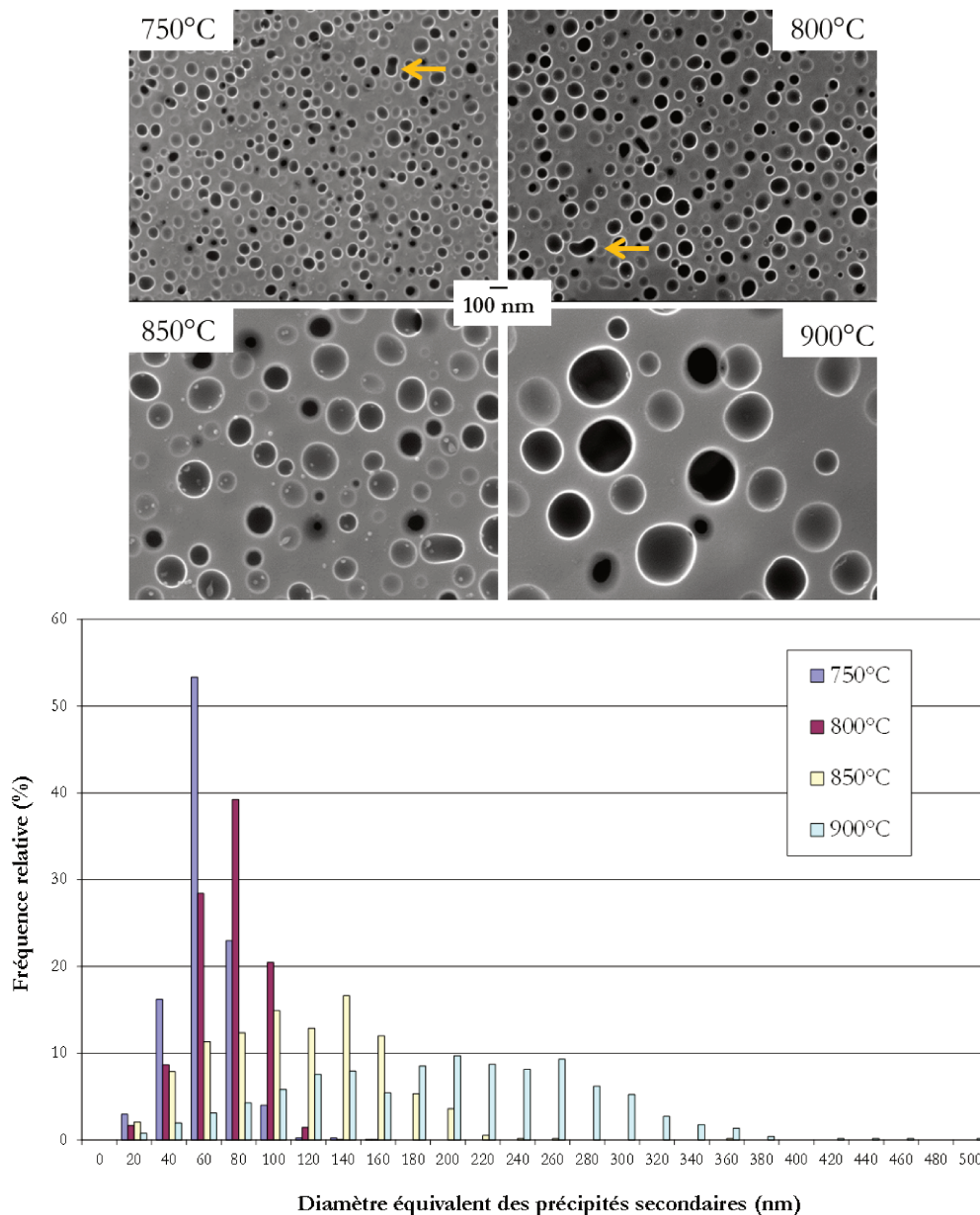


Figure II.17 – Mise en évidence du grossissement des précipités γ'_{II} en fonction de la température après 500h de sur-vieillissement (coalescence des précipités marquée par les flèches jaunes)

D'après ces figures, la croissance des précipités γ'_{II} en fonction de la température ou de la durée de sur-vieillissement est évidente et résulte d'un phénomène de coalescence (pointé par les flèches). De plus, les précipités γ'_{II} restent sphériques même après avoir subi les

conditions les plus extrêmes en termes de température ou de durée d'exposition. Cela signifie que les précipités γ'_{II} conservent un minimum de cohérence avec la matrice au cours des sur-vieillissements étudiés.

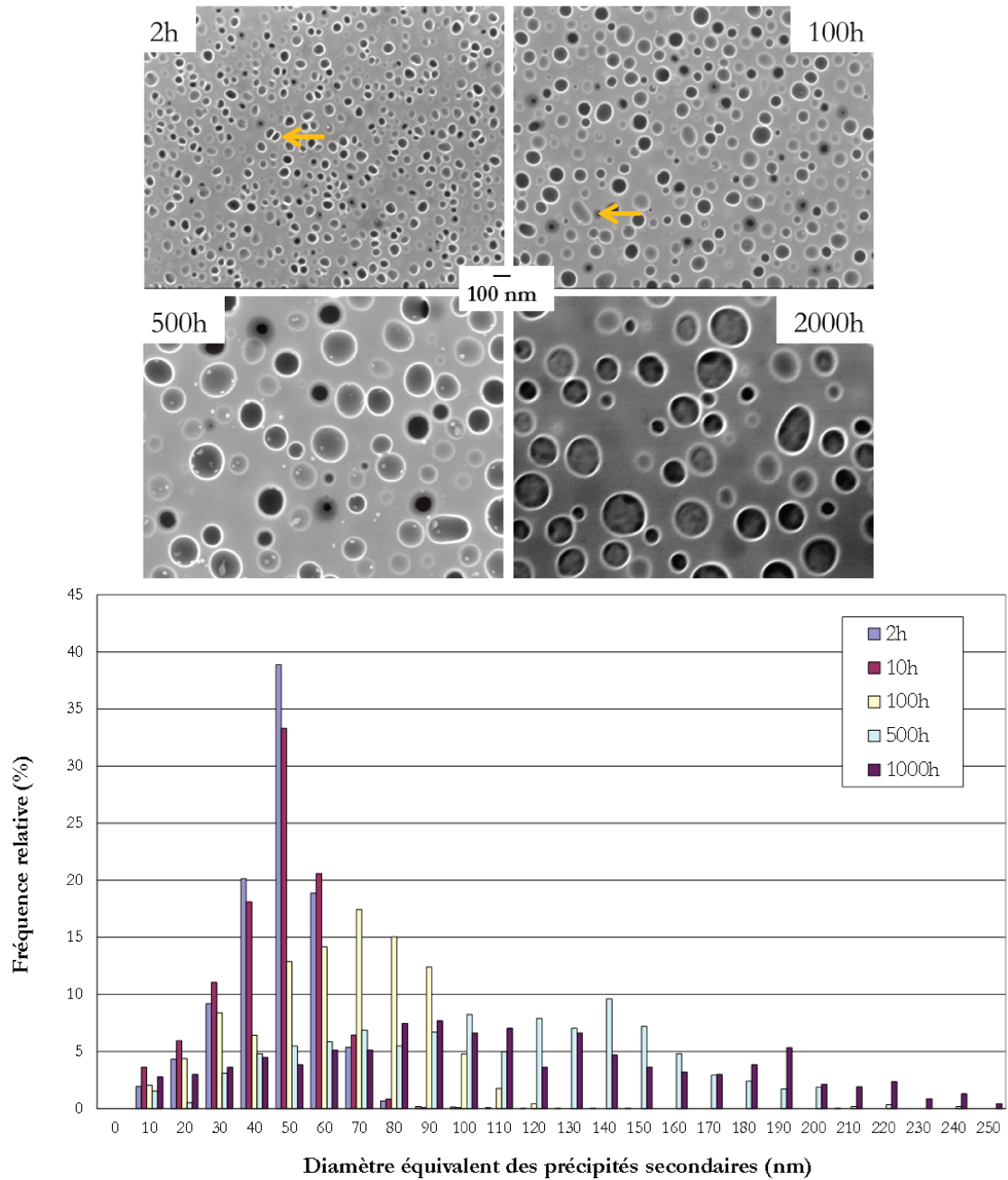


Figure II.18 – Mise en évidence du grossissement des précipités γ'_{II} en fonction de la durée de sur-vieillissement à 850°C (coalescence des précipités marquée par les flèches jaunes)

De plus, d'après ces figures, les évolutions des distributions en taille des précipités γ'_{II} conservent l'allure de distributions log-normales et ont des évolutions analogues, ce qui permet d'affirmer qu'il existe une équivalence temps/température de sur-vieillissement pour le grossissement des précipités γ'_{II} dans le René 65. Cette équivalence a également été constatée pour les précipités γ'_{III} dans le superalliage N18, issu de la voie métallurgie des

poudres [Flageolet, 2005]. Enfin, d'après les Figures II.17 et II.18, plus la température ou la durée de sur-vieillissement est élevée, plus les distributions en taille des précipités γ'_{II} s'élargissent, résultat assez logique de prime abord.

II.2.2.b Loi de croissance des précipités et énergie d'activation

Après avoir déterminé le rayon moyen r des précipités γ'_{II} dans chaque échantillon vieilli à partir des distributions présentées précédemment et r_0 le rayon de l'état de référence du barreau, il est possible de s'assurer que leur croissance est bien contrôlée par un phénomène de diffusion prédit par la loi LSW en traçant $r^3 - r_0^3$ en fonction du temps de sur-vieillissement (Figure II.19).

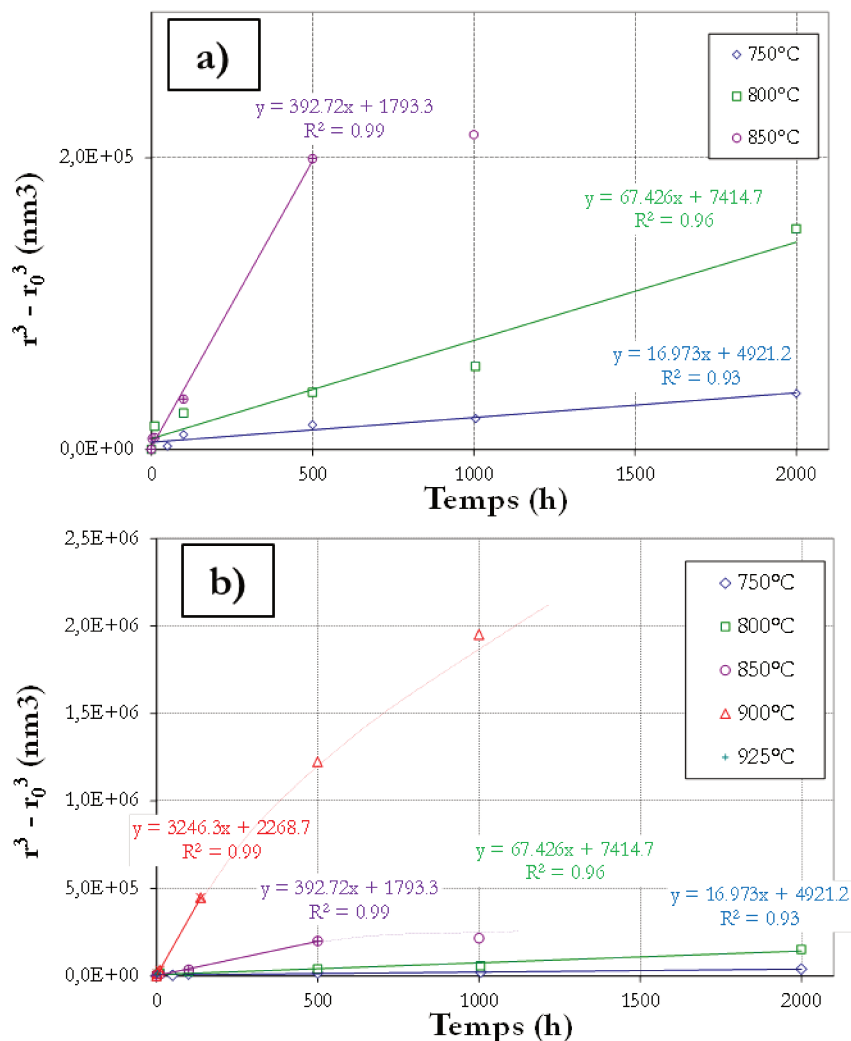


Figure II.19 – (a) Loi de croissance des précipités γ'_{II} de type LSW pour des températures de vieillissement inférieures à 850°C (b) Mise en évidence d'une déviation de la croissance par rapport aux prédictions de la loi LSW pour des températures de vieillissement supérieures à 850°C.

Ainsi, la croissance des précipités γ'_{II} vérifie bien la loi LSW pour des températures s'échelonnant entre 750°C et 850°C (Figure II.19.a). En revanche, après un sur-vieillissement de

127 heures à 900°C ou supérieur à 500 heures à 850°C, la cinétique de croissance des γ'_{II} ne suit plus la tendance prédite par la loi LSW (Figure II.19.b). Les valeurs des pentes en fonction des températures de sur-vieillissement sont récapitulées dans le Tableau II.2.

Température (°C)	Constante (nm ³ /h)
750	17
800	67
850*	393
900*	3246

Tableau II.2 – Valeurs des pentes en fonction des températures de sur-vieillissement. *Les valeurs des pentes à 850°C et 900°C font référence à des durées de sur-vieillissement courtes, correspondant aux traits pleins sur la Figure II.19.

Nous avons vu précédemment que plusieurs hypothèses ont pu être proposées pour expliquer cette déviation. Les hypothèses les plus courantes sont les suivantes :

- Le misfit δ évolue lorsque la taille des précipités γ'_{II} augmente, par conséquent les interactions élastiques changent [Doi *et al.*, 2084] [Sequeira *et al.*, 1994].
- La précipitation de phases TCP (Topologically Closed-Packed Phases) au cours du sur-vieillissement peut ralentir la cinétique de coalescence des précipités.
- En raison du grossissement des précipités γ' , le libre parcours moyen de diffusion devient tel que la cinétique de croissance évolue.

Dans notre étude, les précipités grossissent avec la température et la durée de vieillissement mais restent sphériques même après 100 heures à 900°C. Par conséquent, le misfit doit évoluer puisque les précipités grossissent, mais sans que cela ne soit suffisant pour impacter les interactions élastiques entre les précipités et en faire évoluer la forme. Il est donc peu probable que les interactions élastiques entre les précipités soient responsables de la déviation de la cinétique de croissance observée.

De plus, au cours du sur-vieillissement thermique, des phases TCP précipitent aux joints de grains dans le René 65 (ceci sera détaillé dans le paragraphe suivant) mais pour des conditions de sur-vieillissement moins extrêmes. Après 100 heures à 900°C, aucune phase TCP n'est observée. La déviation de la cinétique de croissance des précipités γ' intragranulaires n'est pas non plus due à la précipitation de phases TCP.

En revanche, au cours du sur-vieillissement thermique, les petits précipités γ' vont coalescer et disparaître au profit des plus gros, ce qui aura pour conséquence d'augmenter la distance interparticulaire. Ainsi, le parcours moyen de diffusion des espèces chimiques (Al, Ni, Ti) augmente ce qui peut modifier la cinétique de croissance des précipités intragranulaires [Boussinot *et al.*, 2010]. Le ralentissement de la cinétique de croissance serait donc plutôt à mettre en relation avec la dissolution des précipités γ' ultrafins [Flageolet, 2005] [Billot, 2010].

Enfin, à partir des pentes issues des cinétiques de croissance établies pour chaque tempéra-

ture de vieillissement (dans le domaine linéaire de la loi LSW), il est possible de déterminer l'énergie d'activation de la diffusion Q en traçant le logarithme de $K.T$ en fonction de $1/T$ (Figure II.20), d'après l'équation suivante [Nembach et Neite, 1985] :

$$k = \frac{k_0}{T} \cdot \exp \frac{-Q}{RT} \quad (\text{II.4})$$

Le calcul réalisé à partir de la Figure II.20 conduit à une énergie d'activation Q d'environ **349 kJ/mol**. Le coefficient de corrélation est très bon (de 0,98), ce qui signifie que les pentes à 850°C et 900°C prises seulement pour des temps courts de sur-vieillissement relèvent du même processus de croissance des précipités.

De plus, la valeur de l'énergie d'activation obtenue est cohérente avec celles calculées dans d'autres superalliages base nickel. Par exemple, l'énergie d'activation à la diffusion pour les précipités γ'_{III} dans le N18 est de l'ordre de 335 kJ/mol. Or la fraction volumique de la phase γ' dans ce superalliage est de 55-60% au lieu d'environ 40% dans le René 65. L'écart entre les deux valeurs est cohérent avec le fait que l'énergie d'activation est d'autant plus faible que la fraction volumique de la phase γ' est grande.

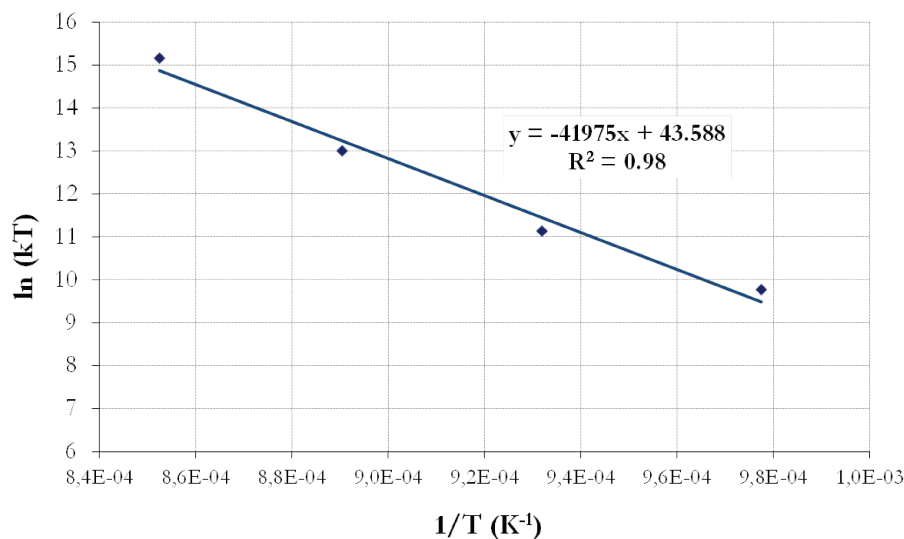


Figure II.20 – Détermination de l'énergie d'activation du processus de croissance des précipités γ'_{II} du René 65 suivant une loi LSW.

II.2.3 Précipitation de phases TCP

II.2.3.a Diagramme Temps-Température-Transformation

Les sur-vieillissements réalisés sur les échantillons induisent le grossissement des précipités γ'_{II} , comme cela vient d'être exposé, mais des particules riches en éléments lourds précipitent également aux joints de grains et prioritairement autour des précipités γ'_I selon la température et la durée d'exposition (Figure II.21). Ces particules peuvent être soit des carbures, soit des particules inter-métalliques comme des phases TCP. Lorsqu'elles préci-

pitent, ces particules ont toujours une morphologie globulaire.

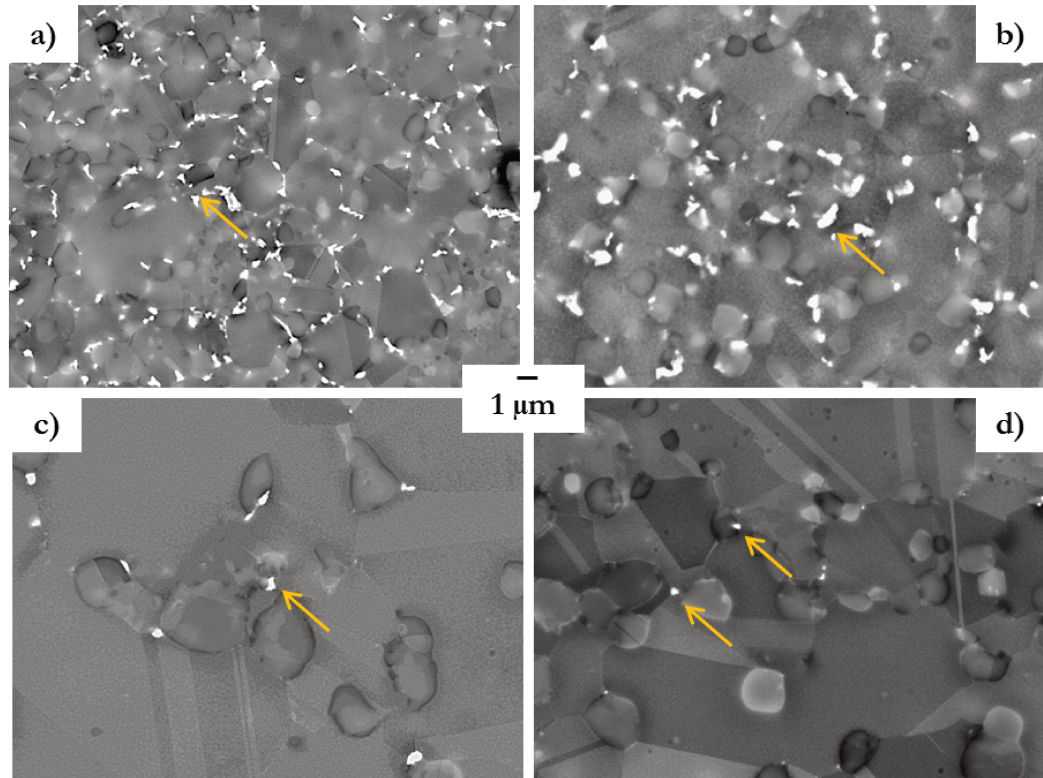


Figure II.21 – Précipitation de particules riches en éléments lourds aux joints de grains et autour des précipités γ'_I (pointées par les flèches jaunes) après des vieillissements de 500h à 750°C (a), 2000h à 800°C (b), 100h à 850°C (c) et 2h à 900°C (d). Observations réalisées au MEB-FEG en mode électrons rétro-diffusés.

L'analyse quantitative qui a été effectuée sous Visilog® à partir de nombreuses images réalisées au MEB-FEG pour chaque état de vieillissement a permis d'établir un diagramme Temps-Température-Transformation (TTT) associé à ces particules (Figure II.22). Lorsque des particules sont observées aux joints de grains, même en très faible quantité, la condition de sur-vieillissement est alors marquée d'un triangle rouge signifiant "Grain Boundary Precipitation" ou "GB precipitation". Il est important de noter que ce diagramme TTT ne tient compte ni de la fraction, ni de la nature chimique de ces particules. Il se peut alors que les particules observées après 2 heures à 900°C ne soient pas de même nature que celles observées après 500 heures à 800°C. Des analyses sur la nature cristallographique de ces phases seront présentées ultérieurement dans ce manuscrit.

Cette forme de diagramme TTT est très similaire à celle établie par Wlodek *et al.* sur le René 88DT [Wlodek *et al.*, 1996] dans lequel des borures M_3B_2 précipitent rapidement alors que des carbures $M_{23}C_6$ et de la phase μ sont observés après 6000 heures à 760°C (cf diagramme TTT du René 88DT page 13).

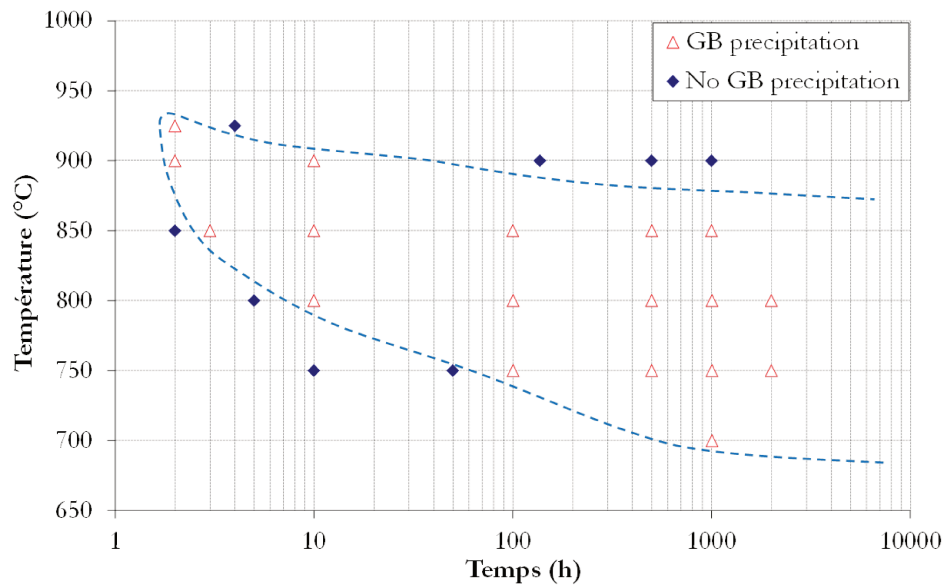


Figure II.22 – Diagramme TTT des particules précipitant aux joints de grains et autour des précipités γ' .

La fraction surfacique de ces particules a été quantifiée par analyse d'images pour chaque sur-vieillissement conduisant à leur précipitation. D'après la Figure II.23, la fraction surfacique de ces particules augmente rapidement en fonction de la durée et de la température d'exposition. Elle devient maximale après 500 heures à 800°C ($\sim 3\%$) et reste relativement constante, même après 2000 heures.

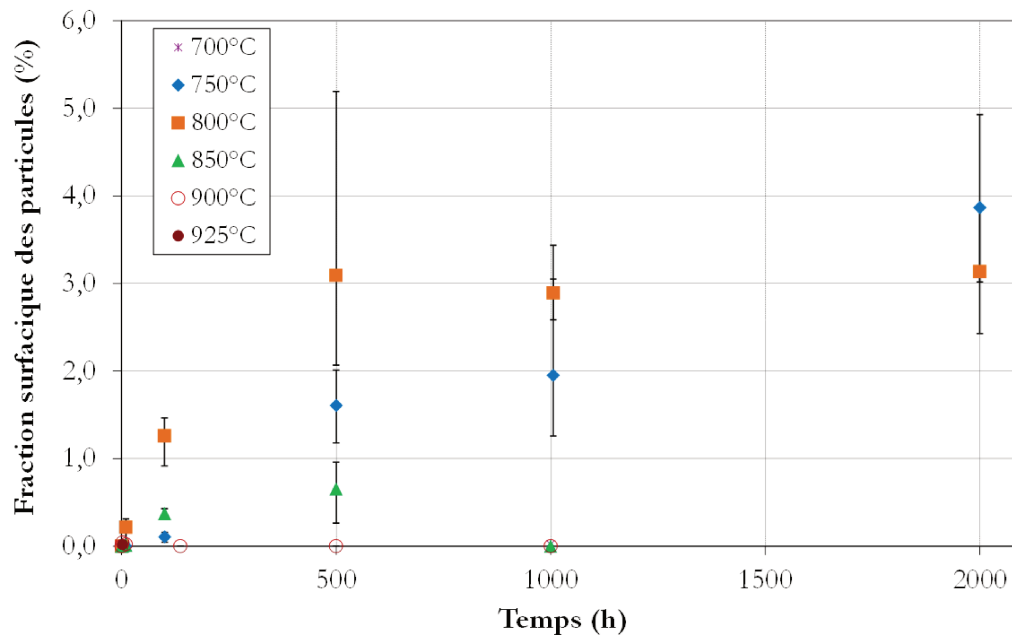


Figure II.23 – Évolution de la fraction surfacique des particules précipitant aux joints de grains pour des températures comprises entre 700°C et 925°C.

II.2.3.b Caractérisation de la nature cristallographique des particules précipitant aux joints de grains

Trois sur-vieillissements ont été choisis pour mettre en exergue leur impact sur les propriétés mécaniques dans la suite de cette étude. Ces traitements thermiques, réalisés sur des ébauches issues de la couronne de référence avant usinage final, vont permettre la précipitation de phases intermétalliques aux joints de grains et la croissance des γ'_{II} . Ces traitements thermiques ont été choisis en se basant sur le domaine de linéarité du modèle LSW (cf Figure II.19), le diagramme TTT (cf Figure II.22) et sur les fractions surfaciques des particules aux joints de grains. Ils ont également pour objectifs de reproduire au mieux les conditions de vieillissement qui pourront être subies par les disques de turbine en service.

Les sur-vieillissements choisis dans cette étude sont :

- **800°C - 500 heures** : Il s'agit de la condition pour laquelle la fraction des particules précipitant aux joints de grains est maximale. Elle a donc pour objectif de maximiser l'impact des particules aux joints de grains sur les propriétés mécaniques. Elle a l'avantage d'être rapide à mettre en œuvre. Il s'agit cependant d'une condition extrême du point de vue d'un disque de turbine.
- **800°C - 100 heures** : Après ce vieillissement, la fraction surfacique des particules est plus faible qu'après 500 heures. Par comparaison, cette condition sera utile pour voir s'il y a un effet de fraction surfacique de ces particules sur les propriétés mécaniques.
- **700°C - 4000 heures** : Il s'agit de la condition la plus représentative de ce que pourra subir un disque de turbine en service. Elle est cependant plus longue à réaliser et la fraction surfacique des particules est très faible, ce qui complexifie les analyses microstructurales.

Il est important de préciser également que deux autres traitements thermiques ont été étudiés dans une moindre mesure. En effet, le sur-vieillissement de **24 heures à 800°C** a été réalisé dans le but d'étudier plus finement l'impact de la fraction surfacique de ces particules sur les propriétés en fluage. Par ailleurs, l'échantillon issu du barreau qui a été vieilli **2000 heures à 800°C** a été utilisé pour déterminer la nature chimique des particules précipitant aux joints de grains.

Quantification stéréologique

Pour comprendre l'impact de la taille des précipités γ'_{II} et des particules aux joints de grains sur les propriétés mécaniques, il est nécessaire dans un premier temps de quantifier chaque microstructure sur-vieillie.

Le sur-vieillissement de 500 heures à 800°C a été réalisé sur deux ébauches issues des deux

zones de la couronne de référence. Pour rappel, ces deux zones diffèrent par leurs distributions en taille de précipités γ'_{II} et γ'_{III} dues à des vitesses de refroidissement différentes (cf paragraphe I.1.4.c). Ces deux zones de la couronne sont notées MC et FC pour "Medium Cooling" et "Fast Cooling" respectivement.

La Figure II.24 présente les distributions en taille de γ'_{II} des différentes éprouvettes surveillées à 800°C et 700°C. Le premier constat est que le traitement thermique de 500h à 800°C annihile la bi-population de γ' intragranulaires initialement présente dans l'état de référence (cf Figure I.34, Chapitre I page 38). C'est pourquoi les autres traitements thermiques à 800°C et 700°C ont été réalisés sur des ébauches issues de ces deux zones de prélèvement sans distinction particulière. Pour l'ensemble des cas présentés sur cette figure, le sur-vieillissement thermique conduit au grossissement progressif des précipités γ'_{II} intragranulaires par coalescence des γ'_{III} .

De plus, le traitement thermique de 4000 heures à 700°C ne semble pas être suffisamment chaud pour provoquer une croissance significative des précipités γ'_{II} : le diamètre moyen obtenu est comparable à celui dans l'état de référence (~ 31 nm). Ceci est en accord avec la loi LSW expérimentale à 700°C qui a été établie précédemment, qui prédit un diamètre moyen d'environ 37 nm.

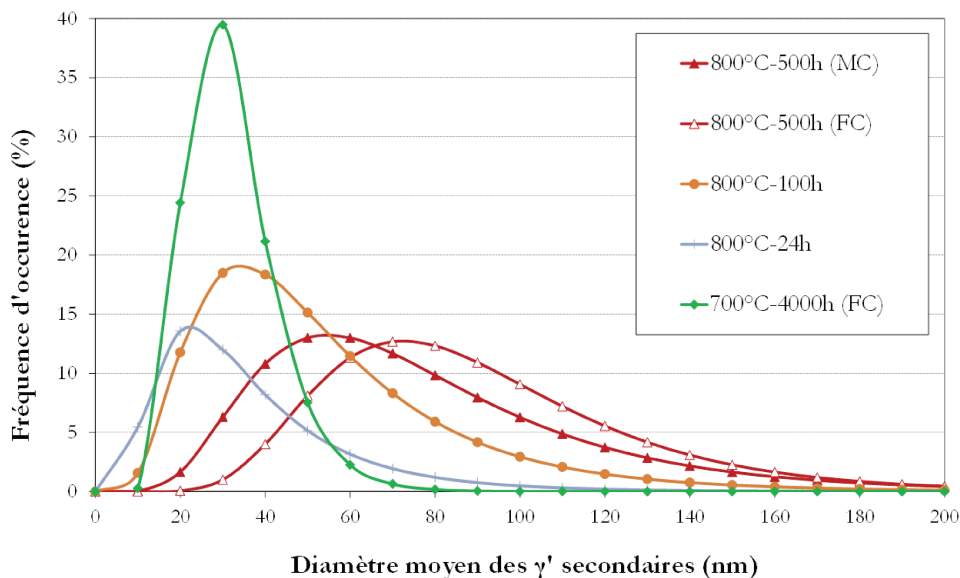


Figure II.24 – Distributions en taille des précipités γ'_{II} pour chaque traitement thermique réalisé.

D'autre part, ces sur-vieillissements conduisent à la précipitation plus ou moins importante de particules aux joints de grains et autour des précipités γ'_I , comme le montre la Figure II.25. La fraction surfacique de ces particules a été mesurée pour chaque traitement thermique. Les valeurs sont regroupées dans le tableau II.3. Les traitements thermiques de 24 et 100 heures à 800°C conduisent ainsi à la précipitation de petites particules aux joints de grains, avec une fraction surfacique légèrement supérieure après 100 heures. En revanche, sur-vieillir de 4000 heures à 700°C conduit à une très faible précipitation de particules aux joints de grains. Ces particules sont probablement moins riches en éléments lourds qu'après

un vieillissement à 800°C d'après la Figure II.25.d. En effet, ces phases apparaissent moins contrastées en observation microscopique en électrons rétro-diffusés, mode d'observation sensible au numéro atomique des éléments chimiques. La taille extrêmement petite de ces particules ne permet pas de faire des analyses de composition chimique par les techniques usuelles de type EDS.

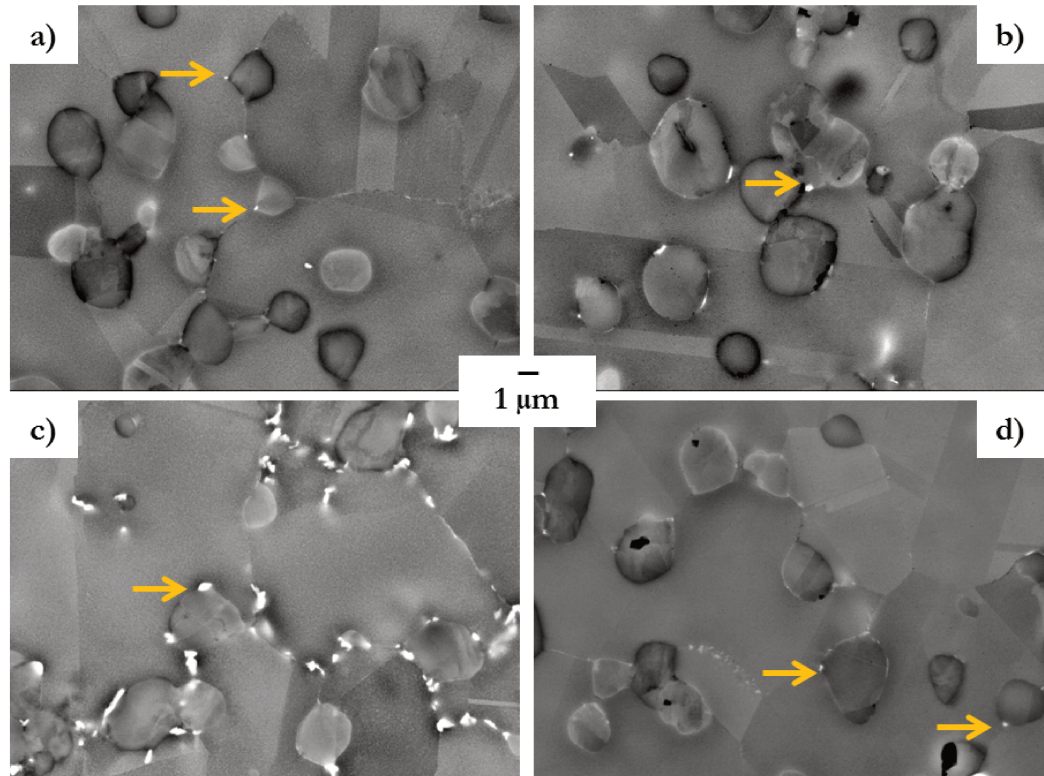


Figure II.25 – État de précipitation des particules aux joints de grains pour les sur-vieillisements de 24h-800°C (a), 100h-800°C (b), 500h-800°C (c) et 4000h-700°C (d)

Échantillons	T (°C)	t (h)	Fraction moy. (%)
État vieilli	800	24	0,1
	800	100	0,5
	800	500 (FC)	1,4
	800	500 (MC)	1,2
	700	4000	0,3
Barreau	800	100	1,3
	800	500	3,1

Tableau II.3 – Fraction surfacique moyenne des particules précipitant aux joints de grains en fonction des traitements thermiques appliqués

Le traitement thermique de 500h à 800°C conduit clairement à la plus forte précipitation de particules aux joints de grains. Elle est néanmoins moins importante que dans le barreau (matière employée pour établir le diagramme TTT présenté section II.2.3.a). Pour rappel, ce barreau n'avait pas subi exactement les mêmes gammes thermo-mécaniques que la ma-

tière de référence sur laquelle sont prélevées les éprouvettes. Ainsi, une différence en termes d'écrouissage entre le barreau et la matière de référence pourrait expliquer ce facteur 2 entre les fractions surfaciques des particules TCP aux joints de grains.

Natures des particules observées

Afin de connaître la structure cristallographique des particules présentes dans les éprouvettes vieilles entre 700°C et 900°C (cf diagramme TTT section II.2.3.a), des simulations thermodynamiques ont d'abord été réalisées chez Aubert & Duval. En entrée furent sélectionnés :

- des éléments chimiques : Ni, Cr, Co, Al, Ti, Nb, Mo, W, C
- des phases : γ , γ' , μ , σ , P, carbures

Néanmoins, la qualité des simulations dépend fortement des bases de données thermodynamiques utilisées. C'est pourquoi, deux simulations ont été réalisées avec les bases de données Ni20 (Thermocalc) et Ni (Saunders). Ces simulations **prédisent la précipitation de phases TCP différentes** entre [700-900°C]. En effet, selon la base de données Thermocalc Ni20, la phase μ riche en Cr, W et Mo est susceptible de précipiter (Figure II.26.a). En revanche, selon la base de données de Saunders Ni, la phase P riche en Cr, Mo et Ni pourrait apparaître dans cet intervalle de températures (Figure II.26.b).

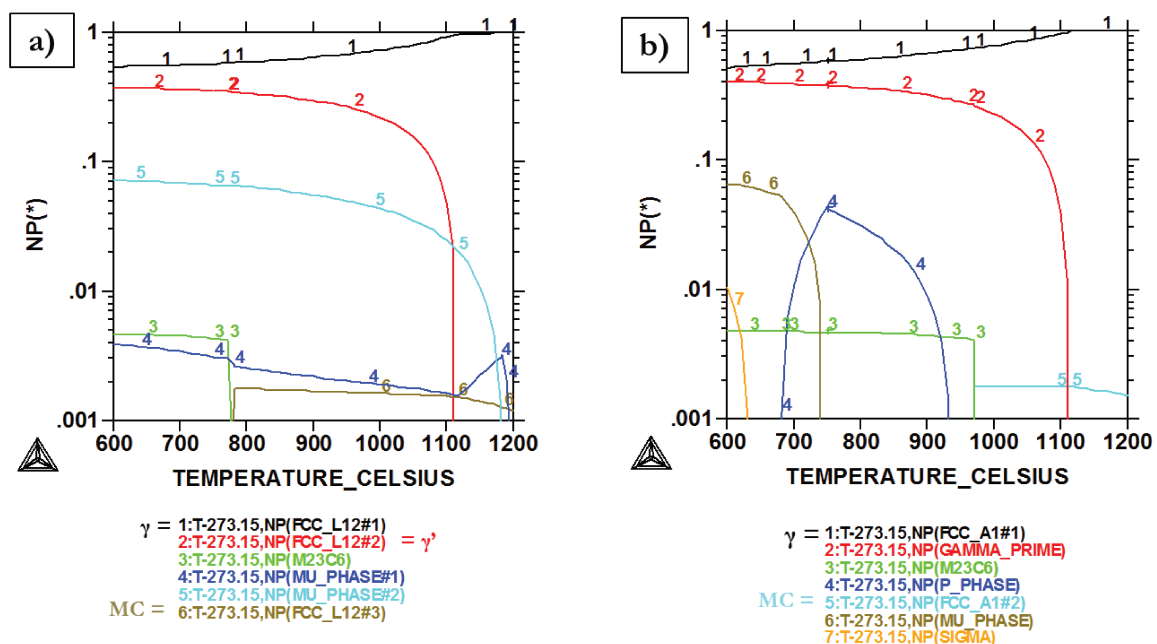


Figure II.26 – Simulations thermodynamiques des phases stables après un sur-vieillissement selon les bases Thermocalc Ni20 (a) et Saunders Ni (b)

La base de données Ni20 Thermocalc étant à priori plus performante pour prédire la précipitation de phases TCP, et la phase P n'étant que rarement mentionnée dans la littérature dans les superalliages polycristallins, nous serions plus enclin à penser que les phases claires

observées aux joints de grains après sur-vieillissement sont des phases μ . Cependant, comme la simulation Thermocalc prédit la précipitation de deux phases μ (à cause d'une lacune de miscibilité) à l'équilibre thermodynamique, et qu'elle ne correspond pas parfaitement au diagramme TTT établi expérimentalement, nous avons poursuivi l'analyse de ces phases par des observations réalisées en microscopie électronique en transmission au CEMES (Toulouse) dans un cadre collaboratif.

Ainsi, les structures cristallographiques des particules précipitant aux joints de grains et autour des précipités γ'_1 après les sur-vieillissements de 100h, 500h, 2000h à 800°C et 4000h à 700°C ont été analysées. Pour ce faire, des lames MET de ces échantillons vieillis ont été préparées par polissage mécanique jusqu'à une épaisseur d'environ 30 μm puis elles ont été amincies par bombardement ionique. Ces analyses ont été réalisées à l'aide d'un microscope électronique en transmission CM20-FEG sous une tension d'accélération de 200kV. Les clichés de diffraction, avec sélection d'aire sur la précipitation intermétallique d'intérêt aux joints de grains, ont été acquis par le logiciel NanoMEGAS ASTAR combiné avec une précession de diffraction. Chaque cliché fut ensuite indexé par comparaison à des clichés pré-enregistrés de phases connues et répertoriées. Les identifications des phases présentes ont été basées sur le niveau de correspondance entre les clichés obtenus et ceux pré-enregistrés. Ces derniers ont été simulés à partir des paramètres de maille issus de la publication de Rae et Reed [Rae et Reed, 2001].

Les particules présentes dans les échantillons vieillis 100h et 500h à 800°C ont été clairement identifiées comme étant des phases σ et μ (Figure II.27). Uniquement de la phase μ a été observée dans l'échantillon vieilli 2000h à 800°C, mais cela ne prouve pas l'absence de particules de phase σ , le nombre de particules intermétalliques observées étant de l'ordre de 15 à 20 particules par échantillon. Enfin, l'échantillon vieilli 4000h à 700°C a été le plus difficile à analyser du fait de la très faible fraction de particules aux joints de grains et de leur faible taille. Il a été particulièrement difficile d'isoler les clichés de diffraction de ces particules de ceux correspondant à la matrice sous-jacente. Néanmoins, un cliché a permis de mettre en évidence la présence de phase σ . Cela ne prouve pas également l'absence de phase μ . Néanmoins, toutes ces analyses, dont l'indice de confiance est très élevé, vont dans le sens d'une probable décomposition de phase σ en phase μ au cours du sur-vieillissement. Un tel mécanisme avait déjà été proposé par M. Pessah-Simonetti et C.M.F Rae [Simonetti et Caron, 1998] [Rae *et al.*, 2005].

De plus, des analyses EDS sous MET haute résolution ont été réalisées au CEMAS (Ohio State University) avec l'équipe du Professeur M. Mills sur des échantillons vieillis 500 heures à 800°C. Il apparaît que les particules de phase μ ou σ sont riches en W et Mo (Figure II.28). Les teneurs en Cr et Co sont équivalentes à celles dans la matrice. Il est important de préciser qu'il est impossible de discerner les phases σ et μ avec cette technique basée uniquement sur l'analyse de la composition chimique.

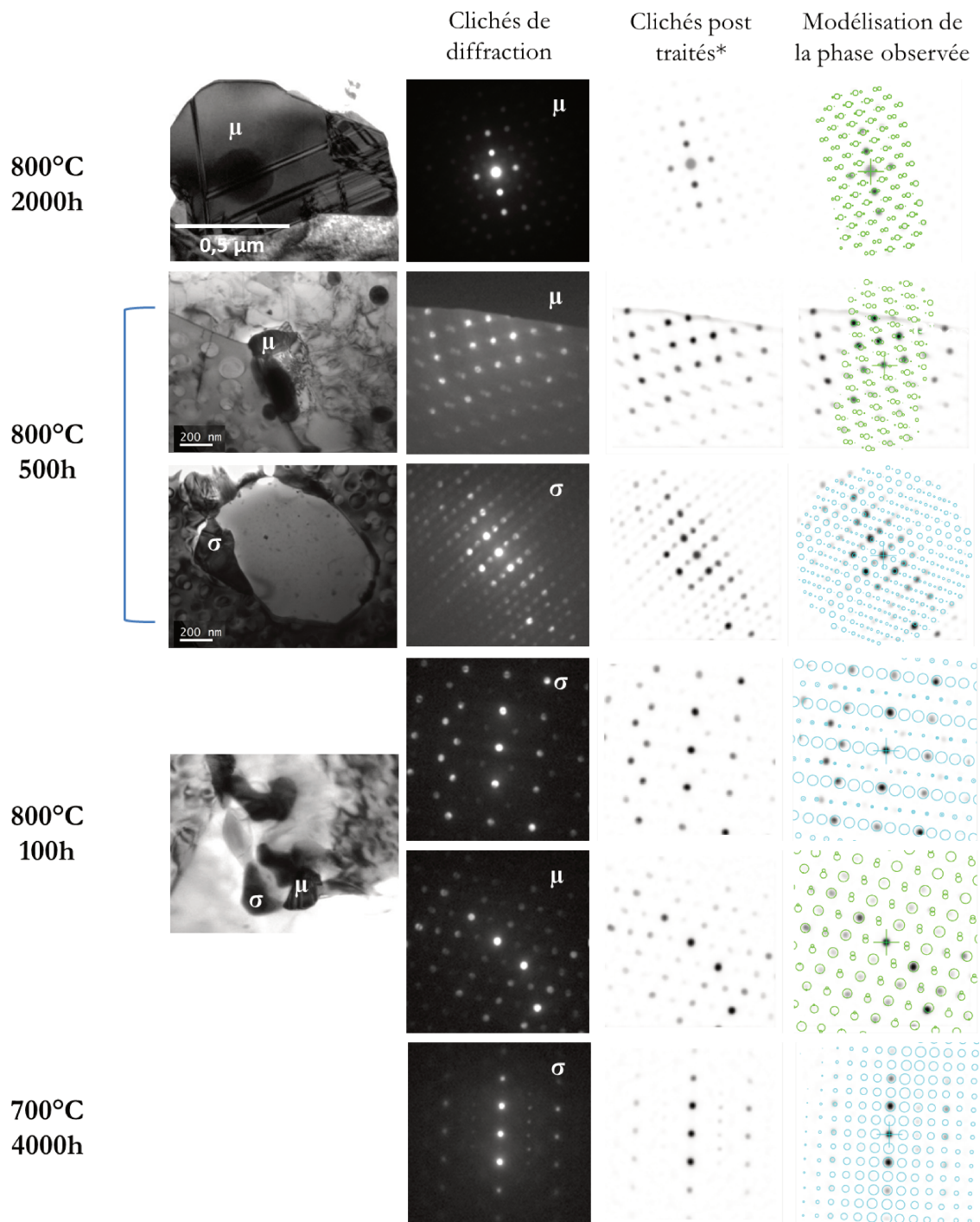


Figure II.27 – Détermination de la nature cristallographique des TCP en fonction des sur-vieillissements thermiques appliqués. Les colonnes de gauche à droite représentent les clichés de diffraction expérimentaux, puis ces mêmes clichés post-traités (*afin d'enlever le bruit de mesure), et enfin la modélisation des clichés de diffraction des phases TCP correspondante.

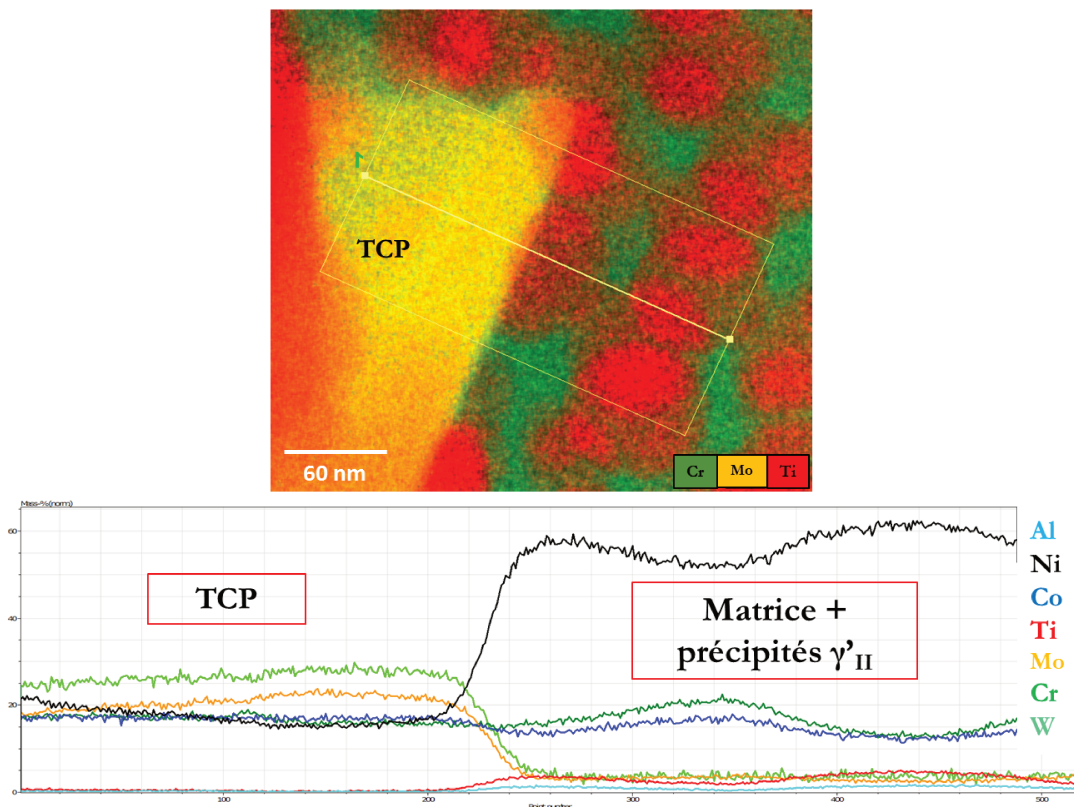


Figure II.28 – Analyses EDS d’une particule de phase μ ou σ précipitant après 500 heures à 800°C : particule riche en W et Mo.

II.3 Méthodologie permettant de découpler les effets du vieillissement thermique statique sur les propriétés mécaniques

Précédemment nous avons mis en évidence l’influence du sur-vieillissement thermique sur la microstructure du René 65. Ce matériau est ainsi sujet à la précipitation de phases σ et μ au cours de vieillissements thermiques de manière concomitante à la croissance des précipités γ'_{II} . Ces deux évolutions microstructurales ayant des répercussions sur les propriétés mécaniques (cf Chapitre III), nous avons alors cherché à mettre en place une méthode permettant de découpler ces deux effets et de quantifier le rôle intrinsèque des phases TCP sur l’abattement des propriétés mécaniques.

II.3.1 Principe de la méthode

L’objectif de cette méthode est de tester mécaniquement deux microstructures similaires en termes de tailles de grains et de précipités durcissants γ'_{II} mais dont la seule différence réside en la présence ou non de phases TCP aux joints de grains (Figure II.29).

Pour obtenir la microstructure avec des phases TCP aux joints de grains, des ébauches issues de la couronne de référence (présentée Chapitre I) ont été sur-vieillies 500 heures à 800°C ou

4000 heures à 700°C. Le sur-vieillissement de 500 heures à 800°C permet, non seulement de faire grossir les précipités γ'_{II} , mais aussi de faire précipiter des phases σ et μ comme nous venons de le voir dans le chapitre précédent, dont la fraction globale est supérieure à 1%. Le sur-vieillissement de 4000 heures à 700°C permet uniquement de faire précipiter une très faible fraction de particules σ , puisque les précipités γ'_{II} ont une taille moyenne équivalente à l'état de référence.

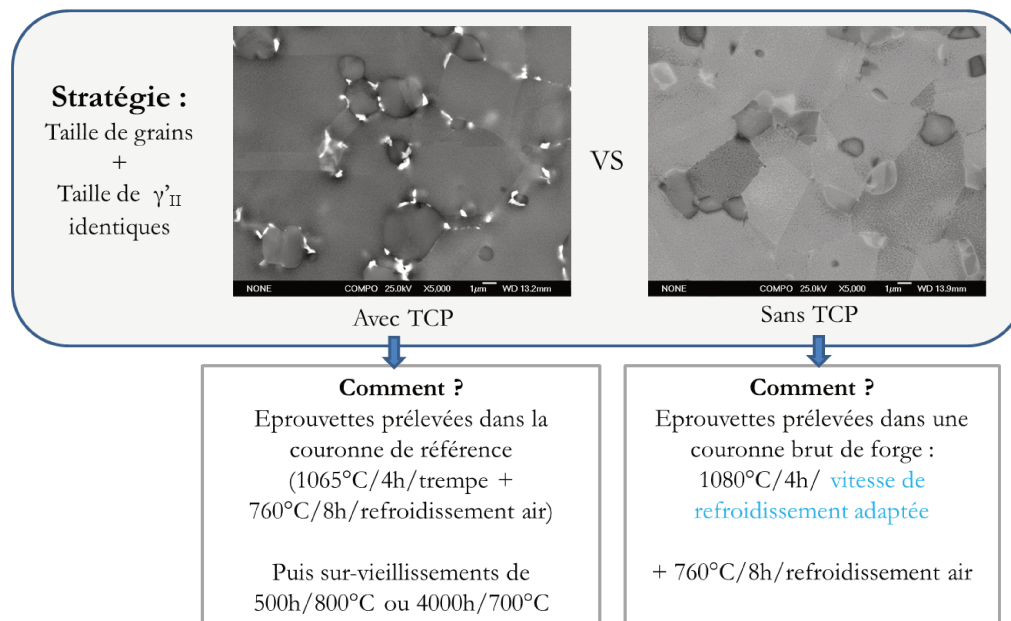


Figure II.29 – Méthode permettant de découpler les effets du grossissement des précipités γ'_{II} de ceux de la nucléation des phases TCP sur les propriétés mécaniques du René 65.

Enfin, pour obtenir la microstructure ayant une taille moyenne de précipités γ'_{II} similaire à celle de l'état vieilli 500 heures à 800°C (par exemple) mais **ne contenant pas de TCP**, un traitement thermique particulier a été conçu et réalisé sur des ébauches issues de la couronne laminée brut de forge. Ces ébauches ont subi une mise en solution *subsolvus* suivie d'un refroidissement à vitesse contrôlée afin d'obtenir une taille moyenne des γ'_{II} similaire à celle de l'état vieilli. Puis ces ébauches ont subi le même revenu de 8 heures à 760°C afin d'homogénéiser la structure de précipitation. La même procédure a été appliquée pour établir la référence sans phases TCP comparativement à l'éprouvette vieilli 4000 heures à 700°C.

Pour réaliser ces refroidissements contrôlés, il était nécessaire de connaître la relation expérimentale qui lie la vitesse de refroidissement post mise en solution \dot{T}_c et le diamètre moyen des γ' secondaires $\phi_{\gamma'_{II}}$.

II.3.2 Relation entre \dot{T}_c et $\phi_{\gamma'_{II}}$

Afin d'obtenir la relation liant \dot{T}_c et $\phi_{\gamma'_{II}}$, des blocs de dimensions 20x15x10 mm³ ont été prélevés dans la couronne laminée brut de forge. Ces échantillons ont subi une mise

en solution *subsolvus* de 4 heures à 1080°C suivie de différents refroidissements contrôlés s'échelonnant entre 10°C/min à ~ 11650°C (cf paragraphe I.2.2 page 40) dans le but de faire varier les tailles de γ'_{II} . Pour rappel, les vitesses de refroidissement de 10°C/min ainsi que les trempes à l'air et à l'huile ont été réalisées au laboratoire Pprime, alors que les vitesses de refroidissement intermédiaires de 37°C/min et 108°C/min ont été réalisées à Snecma Gennevilliers dans un four régulé par flux d'azote.

II.3.2.a Acquisition des vitesses de refroidissement à l'air et à l'huile

La Figure II.30 présente les acquisitions en temps réel des vitesses de trempe à l'air et à l'huile des échantillons. Ces dernières sont mesurées respectivement en calculant la pente des courbes entre 1000°C et 800°C environ. En effet, il s'agit du domaine de température qui correspond au pic principal de nucléation des précipités γ'_{II} (ceux dont le diamètre et la morphologie sont analysés dans cette étude). La précipitation des γ'_{III} s'effectue, quant à elle, à plus basse température [Singh *et al.*, 2013] [Radis *et al.*, 2009].

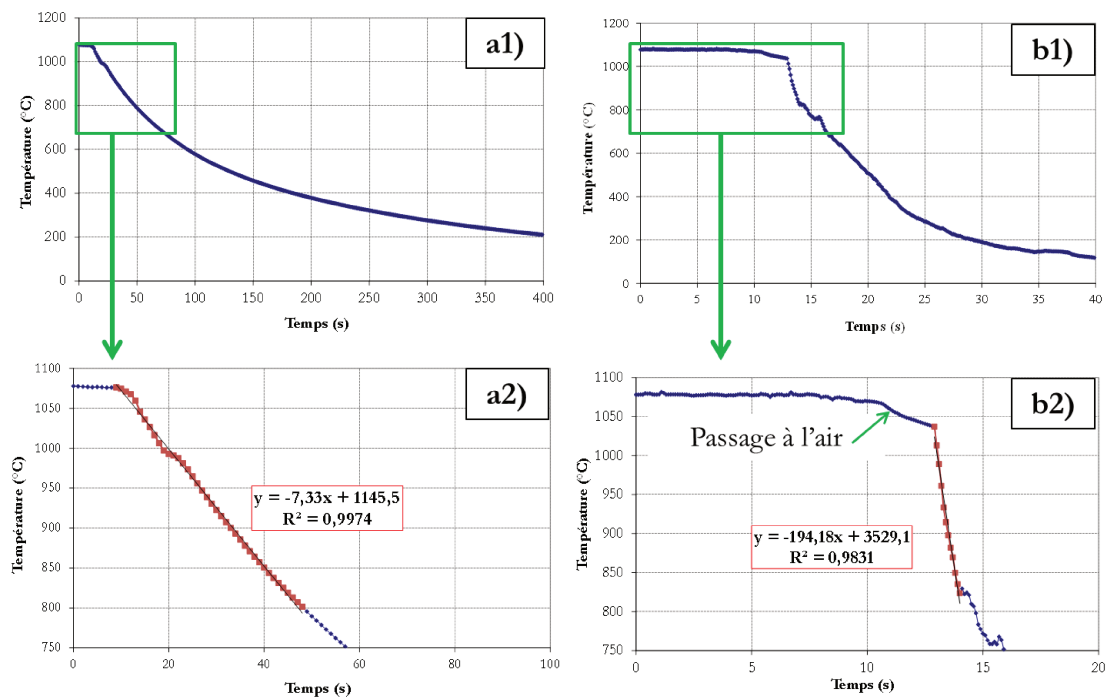


Figure II.30 – Évolution de la température en fonction du temps pour les trempes à l'air (a1) et à l'huile (b1). Domaines de températures sur lesquels sont mesurées les vitesses de trempe à l'air (a2) et à l'huile (b2).

Les vitesses de trempe à l'air et à l'huile mesurées sont de 450°C/min et de 11650°C/min respectivement.

II.3.2.b Analyses "en volume" de la taille des précipités

Les microstructures en surface des échantillons obtenus sont regroupées Figure II.31. Après une mise en solution de 1080°C pendant 4 heures, la taille de grains moyenne est

de 10 μm . La morphologie ainsi que la taille des précipités γ'_{II} évoluent en passant par une forme d'octocubes (presque cubique) à sphérique lorsque la vitesse de refroidissement augmente. Ceci corrobore les études menées sur le René 88DT [Mao *et al.*, 2001] [Mao *et al.*, 2002] ou sur l'U720Li [Radis *et al.*, 2009] [Bhowal *et al.*, 1990].

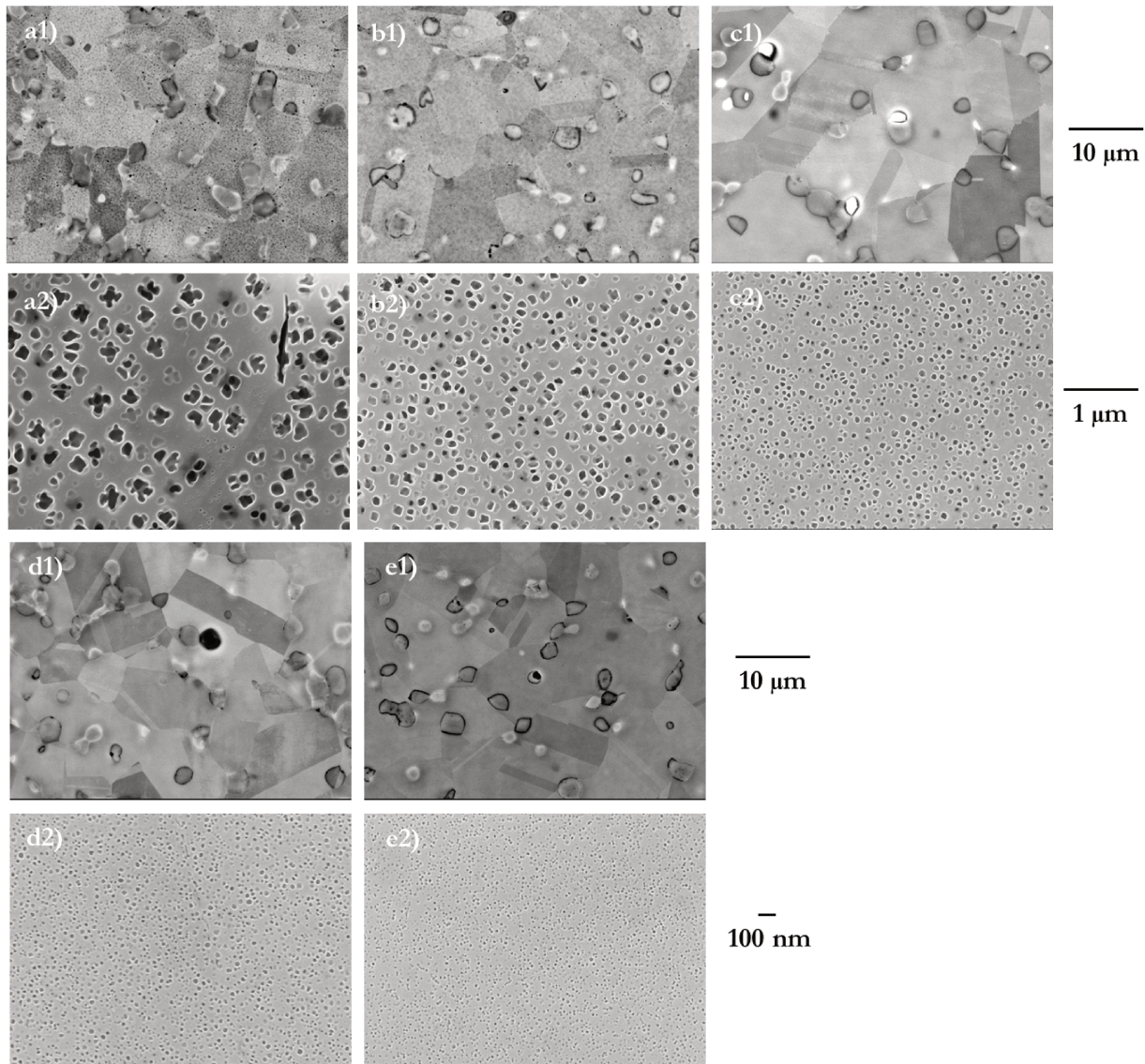


Figure II.31 – Observations au MEB-FEG des microstructures obtenues après une mise en solution *subsolvus* suivie d'un refroidissement de 10°C/min (a1 et a2), de 37°C/min (b1 et b2), de 108°C/min (c1 et c2), de 450°C/min (d1 et d2) et de 11650°C/min (e1 et e2).

Bien que la mesure de la vitesse de refroidissement prenne en compte la massivité de la pièce, il est nécessaire de s'assurer que la distribution en taille des précipités γ'_{II} obtenue à l'aide d'images prises au MEB-FEG en surface est représentative de la microstructure en volume. Pour ce faire, l'échantillon refroidi sous air et traité 1080°C/4h/air a été découpé et analysé dans l'épaisseur en 3 points allant du cœur à la surface de l'échantillon. La distribution en taille des précipités γ'_{II} est mesurée en chaque point. Les Figures II.32.a et II.32.b représentent les distributions en taille en surface et à cœur de l'échantillon respec-

tivement. Comme le diamètre moyen des précipités γ'_{II} ne varie presque pas, cela signifie que la vitesse de refroidissement mesurée en surface est bien représentative de celle vue à cœur des échantillons. Il est donc possible de dresser une distribution en taille des précipités γ'_{II} représentative de tout l'échantillon à partir d'analyses en surface (Figure II.33). Par conséquent, tous les autres échantillons ont été analysés uniquement en surface.

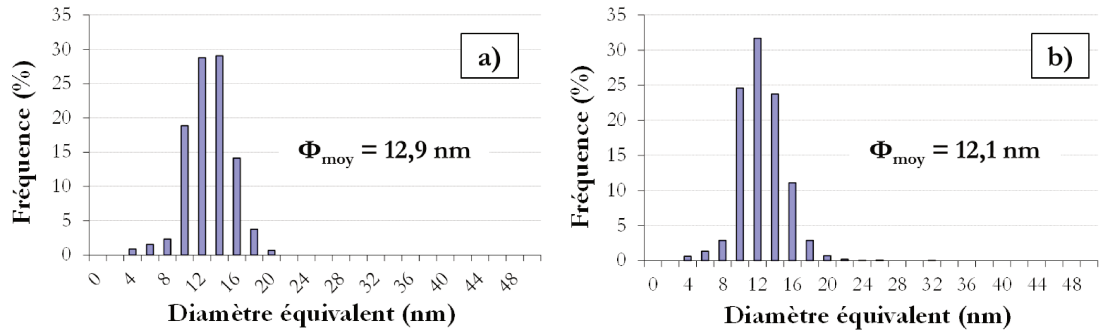


Figure II.32 – Distributions en taille des précipités γ'_{II} en surface (a) et à cœur (b) de l'échantillon traité 1080°C/4h/air.

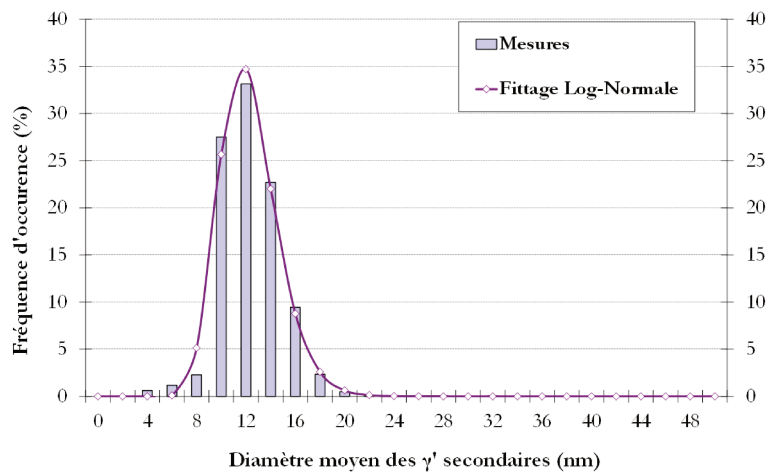


Figure II.33 – Distribution en taille des précipités γ'_{II} représentative de l'échantillon traité 1080°C/4h/air.

II.3.2.c Évolution de la taille des précipités γ'_{II} en fonction de la vitesse de refroidissement post mise en solution

Afin d'établir la relation liant le diamètre des précipités γ'_{II} et la vitesse de refroidissement post mise en solution, il est nécessaire de quantifier le diamètre moyen des γ'_{II} pour chaque échantillon. Ainsi, tous les échantillons ont été observés au MEB-FEG puis analysés selon la procédure standard décrite en Annexe A. La Figure II.34 regroupe les différentes distributions en taille des précipités γ'_{II} de chaque échantillon, et les valeurs moyennes des diamètres correspondants sont listées dans le Tableau II.4. D'après les figures II.31 et II.34, plus la vitesse de refroidissement post mise en solution *subsolvus* est lente, plus les précipités γ'_{II} grossissent et passent d'une morphologie sphérique à une morphologie irrégulière.

Par conséquent, les distributions en taille s'élargissent lorsque la vitesse de refroidissement diminue.

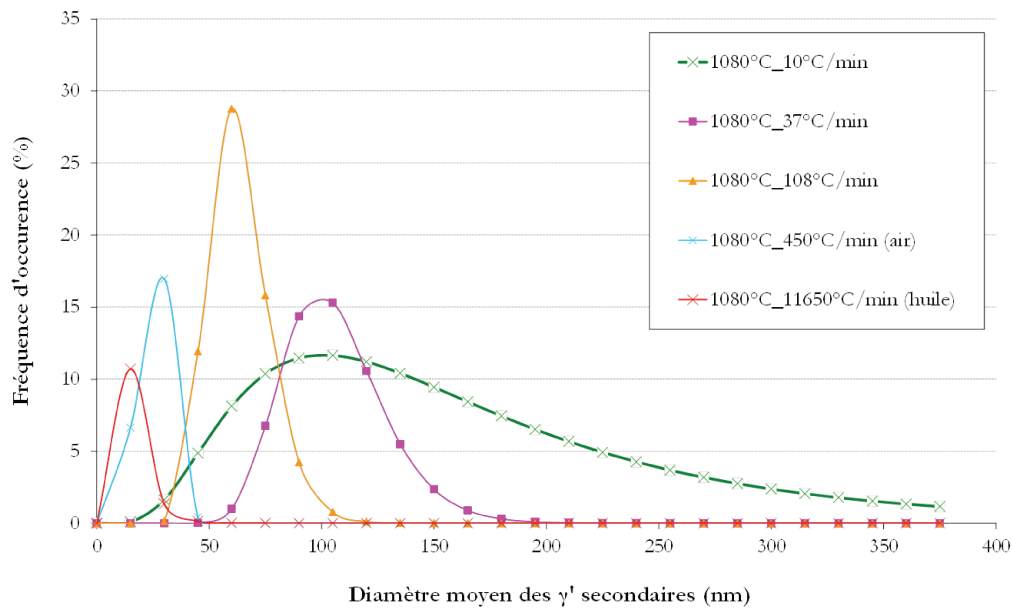


Figure II.34 – Distributions en taille des précipités γ' intragranulaires en fonction de la vitesse de refroidissement post mise en solution *subsol-*
vus de 4 heures à 1080°C.

\dot{T}_c (°C/min)	$\langle \Phi_{\gamma'} \rangle$ (nm)	Écart-type (nm)
10	146	59,8
37	104	29,6
108	62	16,6
450	24	6,7
11650	13	5

Tableau II.4 – Taille moyenne de précipités γ'_{II} (et écart-type associé) pour différentes vitesses de refroidissement post mise en solution.

De plus, lorsque la vitesse de refroidissement est inférieure à 108°C/min, de petits précipités γ'_{III} sphériques précipitent de façon non homogène entre les précipités γ'_{II} (Figure II.35). Ces fins précipités γ'_{III} précipitent au cours d'une seconde vague de germination au cours du refroidissement continu, à basse température (cf Chapitre I page 15).

Il est souvent très difficile de quantifier la fraction et la taille moyenne de ces précipités γ'_{III} . En effet, il est possible, d'une part, que ces précipités ne soient pas visibles si l'attaque chimique réalisée avant les observations n'a pas été suffisante, et d'autre part que le traitement d'images ne soit pas assez efficace du fait de leurs petites tailles. C'est pourquoi les distributions en tailles des précipités γ'_{II} intragranulaires dressées en figure II.34 incluent probablement quelques fins précipités γ'_{III} .

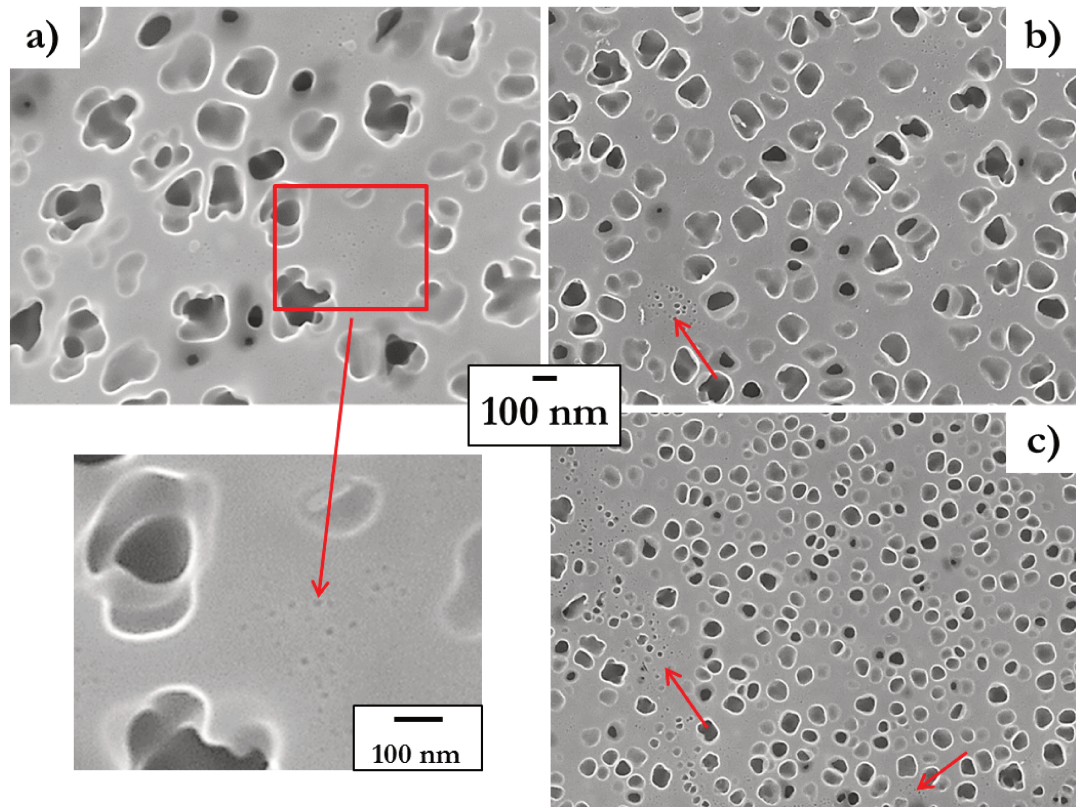


Figure II.35 – Précipitation non homogène de précipités γ'_{III} sphériques entre les précipités γ'_{II} (pointés par les flèches rouges) pour des vitesses de refroidissement post mise en solution *subsolvus* de (a) 10°C/min (b) 37°C/min et (c) 108°C/min.

À partir de ces distributions en tailles établies pour chaque échantillon, il est possible de tracer l'évolution du diamètre moyen en fonction de la vitesse de refroidissement post mise en solution. La croissance des précipités γ'_{II} avec la vitesse de refroidissement étant contrôlée par des processus diffusifs, elle est généralement représentée par une loi de type puissance [Vaunois *et al.*, 2010] :

$$\phi_{\gamma'_{II}} = \alpha(\dot{T}_c)^{-\beta} \quad (II.5)$$

Avec α et β les paramètres de la loi puissance.

L'application de cette approche à nos données conduit aux valeurs des coefficients (α , β) de (365 ; 0,398) après une mise en solution *subsolvus* (Figure II.36). La même démarche a également été réalisée après une mise en solution *supersolvus* de 4 heures à 1120°C suivi de différentes vitesses de refroidissement. Dans ce cas les valeurs des coefficients (α , β) sont (473 ; 0,396). La Figure II.36 montre clairement que les diamètres moyens des précipités γ'_{II} sont presque identiques lorsque la vitesse de trempe est élevée. En revanche des différences significatives apparaissent entre les deux états sub et super-solvus pour des vitesses de refroidissement faibles (inférieures à 100°C/min).

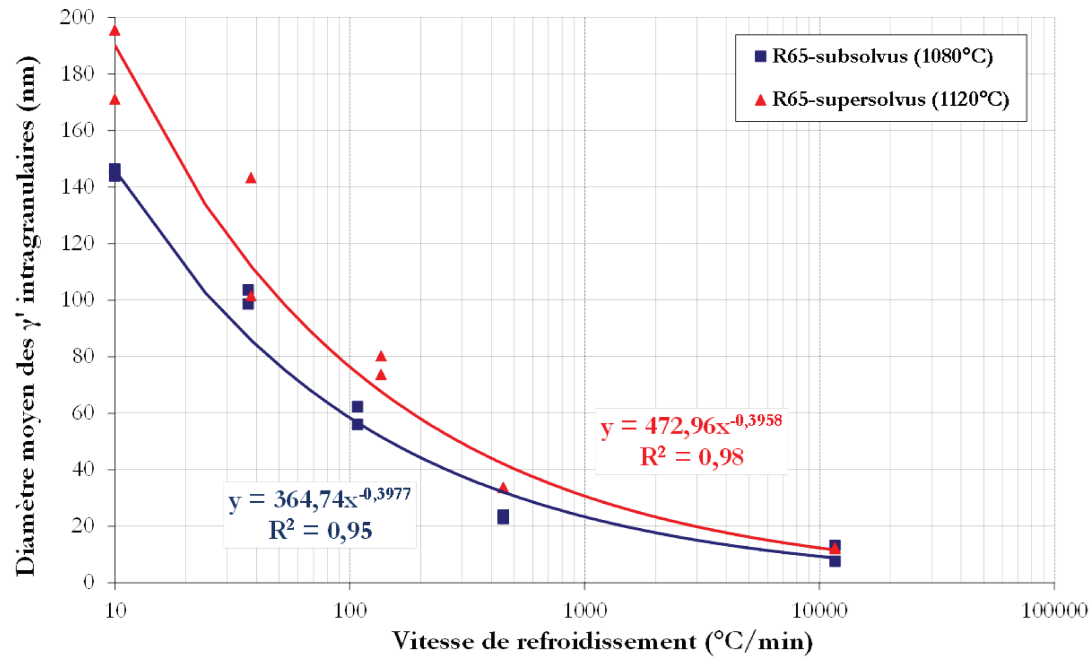


Figure II.36 – Sensibilité de la taille des précipités γ' intragranulaires à la vitesse de refroidissement suite à une mise en solution *subsolvus* (1080°C/4h) ou *supersolvus* (1120°C/4h). Données expérimentales et identification de la loi puissance $\phi_{\gamma'_{II}} = \alpha(\dot{T}_c)^{-\beta}$.

Il est intéressant de comparer ces cinétiques de croissance des précipités avec celles obtenues expérimentalement pour d'autres superalliages polycristallins durcis par phase γ' . Les superalliages base Nickel les plus proches chimiquement du René 65 sont le René 88DT et l'Udimet 720Li. Vaunois *et al.* ont étudié la relation taille des précipités - vitesse de trempe post mise en solution pour l'U720Li après des mises en solution *subsolvus* et *supersolvus* pour une version coulée-forgée de l'alliage [Vaunois *et al.*, 2010]. Mao *et al.* ont, quant à eux, réalisé le même travail sur l'U720Li et sur le René 88DT élaborés par voie métallurgie des poudres après une mise en solution *supersolvus* [Mao *et al.*, 2001] [Mao *et al.*, 2002]. La Figure II.37 illustre ces comparaisons.

La loi puissance du René 65 est très proche de celle du René 88DT après une mise en solution *supersolvus*. Ceci n'est pas surprenant puisque les compositions chimiques de ces deux superalliages sont très proches. Notons que la croissance des précipités au cours du refroidissement en traitement *supersolvus* du René 65 est environ deux à trois fois moindre que celle de l'U720Li. Ceci peut s'expliquer par la fraction volumique de phase γ' plus grande dans l'U720Li comparé au René 65. Enfin, de manière générale, les tailles des précipités γ'_{II} dans le René 65 et l'U720Li sont plus grandes après un traitement *supersolvus*, ce qui signifie que ces derniers seraient davantage sensibles à la vitesse de refroidissement que les traitements *subsolvus*. Cela résulte d'un plus grand potentiel de germination intragranulaire puisque tous les précipités γ'_I intergranulaires ont été remis en solution.

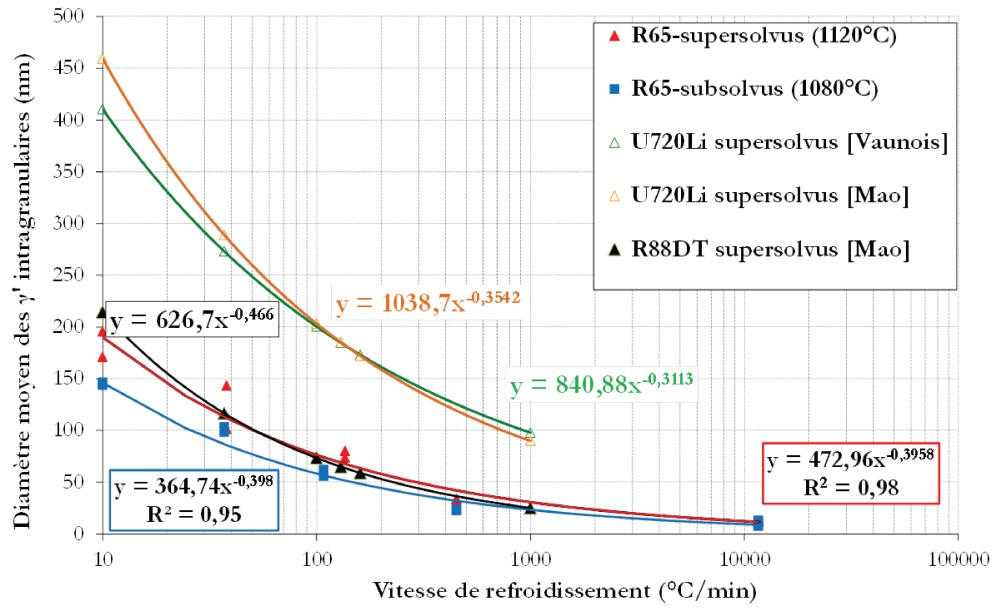


Figure II.37 – Comparaison des relations entre la taille moyenne de précipités γ'_{II} et la vitesse de refroidissement pour le René 65, l'U720Li [Vaunois *et al.*, 2010] [Mao *et al.*, 2001] et le René 88DT [Mao *et al.*, 2002].

II.3.2.d Calcul des vitesses de refroidissement \dot{T}_c pour les traitements thermiques choisis

Afin de calculer les vitesses de refroidissement adaptées pour obtenir une taille moyenne de précipités γ'_{II} similaire à celles des éprouvettes sur-vieillies 500 heures à 800°C et 4000 heures à 700°C, seule la loi puissance reliant la taille des précipités à la vitesse de refroidissement post mise en solution est nécessaire lorsque les diamètres moyens des précipités γ'_{II} dans les états vieillis sont connus :

$$\phi_{\gamma'_{II}} = \alpha(\dot{T}_c)^{-\beta} \quad (II.6)$$

Toutefois, il est également possible de déterminer la vitesse de refroidissement post mise en solution en calculant théoriquement le diamètre moyen des précipités γ'_{II} après sur-vieillissement, grâce à la loi LSW :

$$\left(\frac{\phi_{\gamma'_{II}}}{2}\right)^3 - \left(\frac{\phi_{\gamma'_{II}(t_0)}}{2}\right)^3 = k(T, t) \cdot t \quad (II.7)$$

Par exemple, le calcul de la vitesse de refroidissement adaptée pour obtenir une taille équivalente de précipités γ'_{II} après un vieillissement de 500 heures à 800°C selon les deux méthodes est détaillé dans le Tableau II.5. Ainsi, il faut appliquer un refroidissement de $\sim 50^\circ\text{C/min}$ après une mise en solution de 4 heures à 1080°C pour obtenir une taille de précipités équivalente à celle issue du sur-vieillissement de 500 heures à 800°C.

Rayon moy. γ'_{II} expérimental	Rayon moy. γ'_{II} calculé (LSW)
R = 38,5 nm	k (800°C, 500h) calculé à partir de Q $\Rightarrow R = 37,4$ nm
$\phi_{\gamma'_{II}} = 364,74 (\dot{T}_c)^{-0,3977}$	
$\dot{T}_c = 49,94^\circ\text{C}/\text{min}$	$\dot{T}_c = 53,6^\circ\text{C}/\text{min}$
\Rightarrow vitesse de refroidissement de $\sim 50^\circ\text{C}/\text{min}$	

Tableau II.5 – Calcul de la vitesse de refroidissement adaptée pour obtenir une taille de γ'_{II} similaire à celle obtenue après un vieillissement de 500 heures à 800°C

En procédant de la même façon, on obtient une vitesse de refroidissement de **$155^\circ\text{C}/\text{min}$** pour avoir un diamètre moyen des précipités équivalent à celui obtenu après un vieillissement de 4000 heures à 700°C.

II.3.2.e Analyses stéréologiques des traitements thermiques réalisés

Les microstructures de précipitation de ces deux traitements thermiques ont été observées dans les têtes des éprouvettes traitées *subsolvus*, et refroidies $50^\circ\text{C}/\text{min}$ et $155^\circ\text{C}/\text{min}$ après la mise en solution. Elles ont été analysées selon le processus standard décrit en Annexe A. La Figure II.38 montre l'état de la précipitation intragranulaire dans chaque éprouvette. Il s'avère que ces vitesses de refroidissement post mise en solution *subsolvus* conduisent à la précipitation d'une double population de précipités γ' intragranulaires. Les plus gros seront nommés γ'_{II} (pointés par des flèches jaunes sur la figure) et les plus petits seront nommés γ'_{III} (pointés par les flèches rouges).

La précipitation d'une double population dans chaque échantillon n'est pas surprenante. En effet, selon la théorie de germination, le rayon critique d'un nucléus R^* est fonction de l'énergie libre ΔG_p provenant de la supersaturation dans la matrice et de l'énergie d'interface σ (comprenant l'énergie de surface et élastique) générée par le désaccord paramétrique $\Delta\gamma/\gamma'$:

$$R^* = \frac{2\sigma V_m}{\Delta G_p} \quad (\text{II.8})$$

Ainsi, plus la vitesse de refroidissement est élevée, plus la sursaturation sera grande, et plus il y aura germination de fins γ' intragranulaires avec une faible distance interparticulaire. En revanche, lorsque la vitesse de refroidissement est faible, la matrice est alors moins sursaturée, les éléments ont le temps de diffuser dans la matrice, ce qui génère un premier pic de germination relativement étendu de larges précipités γ' (avec des distances interparticulaires relativement grandes). Pendant ce refroidissement lent mais continu, il se peut qu'il y ait un deuxième pic de germination de particules γ' entre les précédents précipités γ' existants. Néanmoins, comme la température à ce stade est assez basse, la diffusion est moindre ce qui ralentit la croissance des derniers précipités. Le traitement de vieillissement (ou de revenu) à 760°C pendant 8 heures a pour objectif, en partie, de permettre à ces petits préci-

pités de croître.

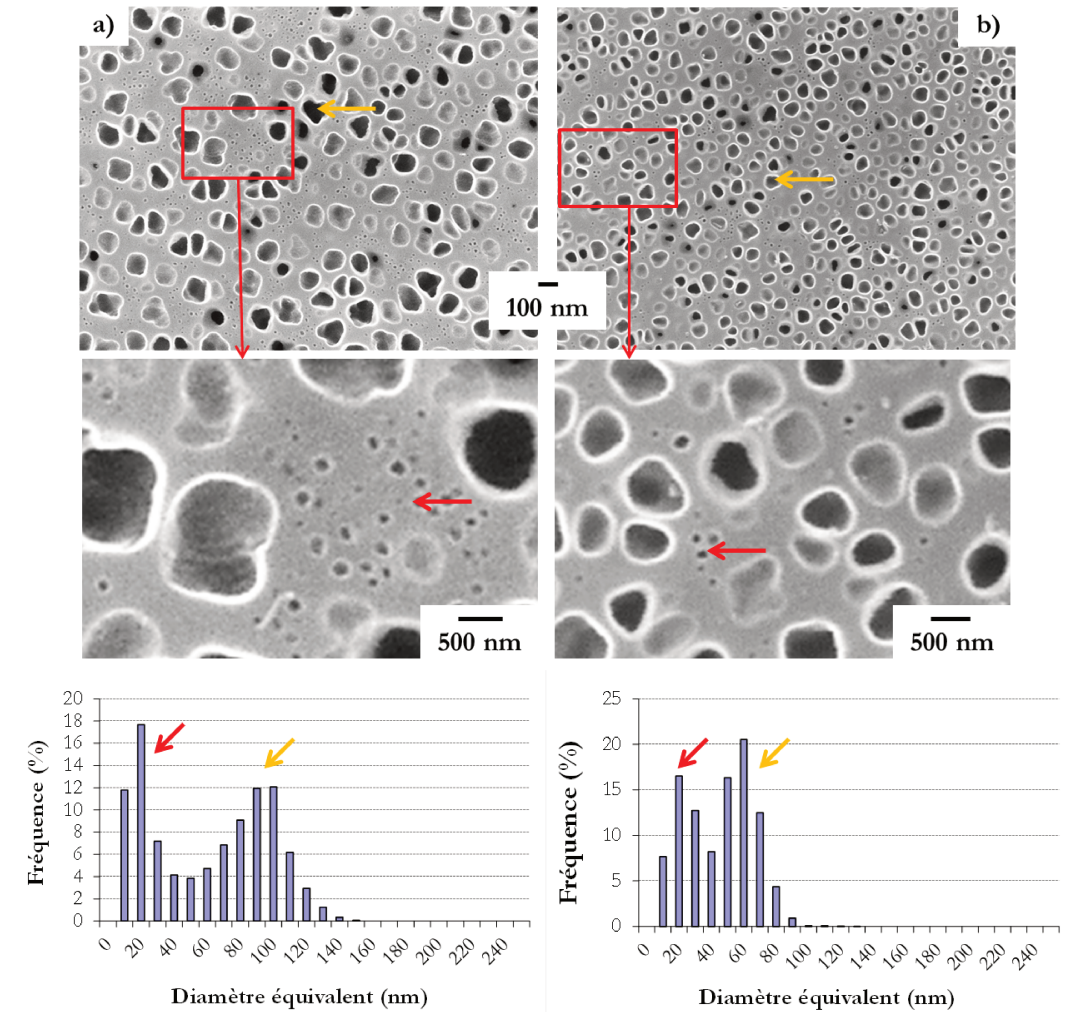


Figure II.38 – Microstructures de précipitation après une MS *subsolvus* suivie d'un refroidissement à 50°C/min (a) et à 155°C/min (b) puis d'un revenu à 760°C/8h. Ces traitements thermiques conduisent à une double population de γ' intragranulaires : les précipités γ'_{II} et γ'_{III} sont pointés par des flèches jaunes et rouges respectivement.

La précipitation d'une double population pour des vitesses post MS intermédiaires a déjà été observée dans l'U720Li [Mao *et al.*, 2001] ou dans le René 88DT [Tiley *et al.*, 2009]. La Figure II.39 montre un exemple dans l'U720Li (issu de la métallurgie des poudres) après une vitesse de refroidissement de 11°C/min [Mao *et al.*, 2001].

De plus, l'augmentation en taille des premières particules γ' précipitant au cours d'un refroidissement relativement lent (γ'_{II}), est associée à une importante ségrégation chimique des éléments ainsi qu'à une modification de leur morphologie [Tiley *et al.*, 2009]. Ceci est attribué à l'augmentation rapide de l'énergie d'interface liée à la croissance de ces précipités γ'_{II} .

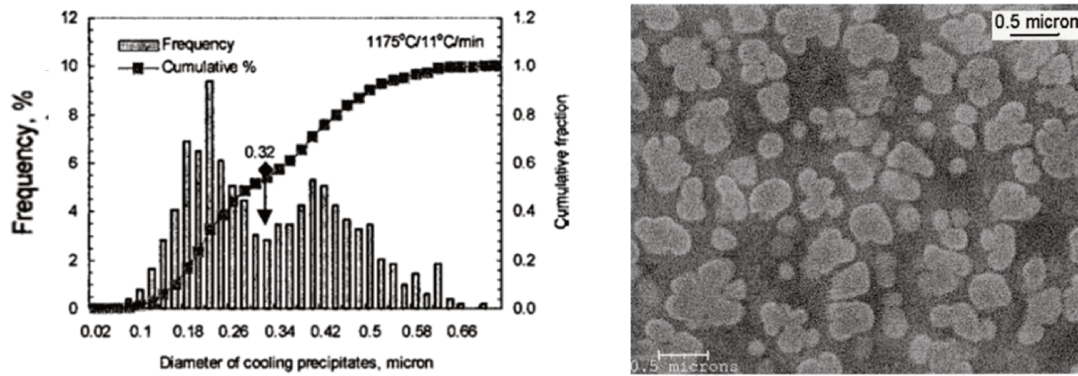


Figure II.39 – Précipitation d’une double population de précipités γ' intragranulaires après une MS *supersolvus* suivie d’un refroidissement à 11°C/min [Mao *et al.*, 2001].

Dans le René 65, il semblerait qu’entre les vitesses de refroidissement de 50°C/min et 155°C/min, il existe cette compétition entre l’énergie libre ΔG_p et l’énergie d’interface γ/γ' conduisant à la précipitation de particules γ'_{II} (dont la morphologie tend à être cubique) et de particules γ'_{III} très petites et sphériques. Par conséquent, la Figure II.36 liant le diamètre moyen des γ'_{II} et la vitesse de refroidissement \dot{T}_c ne prend effectivement pas en compte la précipitation des γ'_{III} pour les vitesses de refroidissement intermédiaires.

Au final il est nécessaire de comparer les tailles des précipités intragranulaires entre ces deux microstructures obtenues avec des traitements thermiques "adaptés" avec leur analogues sur-vieillies (Tableau II.6).

Diamètre (nm)	Vieilli 800°C/500h	Ep traitée \dot{T}_c 50°C/min	Vieilli 700°C/4000h	Ep traitée \dot{T}_c 155°C/min
γ'_{II}	60-80	92	31	65
γ'_{III}	-	21	-	26

Tableau II.6 – Comparaison des tailles des précipités intragranulaires après sur-vieillissement ou après un refroidissement post mise en solution contrôlé

Ce tableau montre que la taille moyenne des γ'_{II} obtenue après une vitesse de refroidissement post mise en solution *subsolvus* de 50°C/min reste similaire (92 nm / 60-80 μm) à celle obtenue après un sur-vieillissement de 500 heures à 800°C. En revanche, ce n’est étonnamment pas le cas pour le traitement thermique avec une vitesse de refroidissement \dot{T}_c plus élevée de 155°C/min, la taille des précipités γ'_{II} étant plus du double de celle prévue. D’une certaine façon, cela montre les limites de la loi puissance à partir de laquelle nous avons déterminé ces vitesses de refroidissement.

II.3.3 Synthèse

Dans ce chapitre, nous avons constaté que le squelette granulaire du René 65 est conservé au cours du sur-vieillissement thermique, et ce, quelle que soit la durée appliquée (jusqu'à 2000 heures à 900°C). Par conséquent, la fraction des γ'_I intergranulaires reste constante. En revanche, le sur-vieillissement thermique induit deux évolutions microstructurales majeures dans le René 65 :

- le grossissement des précipités γ'_{II}
- la précipitation de particules topologiquement compactes aux joints de grains et autour des γ'_I

Les précipités γ'_{II} intragranulaires grossissent en fonction du temps et de la température du sur-vieillissement. Leur cinétique de croissance suit le modèle LSW qui prédit une croissance linéaire en fonction de la racine cubique du temps. Nous avons cependant mis en évidence une déviation de cette évolution aux prédictions du modèle LSW dès 850°C (après 1000h à 850°C et 100h à 900°C). Cette déviation a déjà été constatée dans d'autres superalliages base nickel et ce phénomène n'est pas clairement élucidé à ce jour. Dans notre cas, il est peu probable que cette déviation provienne des interactions élastiques entre les précipités (puisque ces derniers grossissent tout en restant sphériques) ou de la précipitation de phases TCP. Elle peut cependant être la conséquence d'une augmentation trop conséquente des distances interparticulaires liée à la disparition des γ'_{III} par coalescence au profit des précipités γ'_{II} .

D'autre part, nous avons mis en évidence la précipitation de particules fragiles aux joints de grains et autour des précipités γ'_I après une certaine durée d'exposition à haute température. Un diagramme TTT de ces particules a été dressé. Afin de comprendre l'impact de ces particules fragiles sur les propriétés mécaniques du René 65, cinq sur-vieillissements ont été sélectionnés. Quatre d'entre eux ont été réalisés à 800°C (24h, 100h, 500h, 2000h) dans le but de faire précipiter rapidement une fraction variable de ces particules. Un traitement thermique long de 4000 heures à 700°C a également été réalisé pour simuler un vieillissement plus représentatif de ce que verrait un disque de turbine en service. Des analyses EDS et en MET sur tous ces traitements thermiques (hormis celui de 24h/800°C) ont permis de connaître la nature cristallographique de ces particules (tableau II.7), qui s'avèrent être des phases TCP σ et μ .

T (°C)	t (h)	Nature des particules
800°C	100	$\sigma + \mu$
	500	$\sigma + \mu$
	2000	$\mu (+ \sigma ?)$
700°C	4000	$\sigma (+ \mu ?)$

Tableau II.7 – Nature des particules précipitant aux joints de grains en fonction des températures et durées d'exposition

Afin de découpler l'impact de ces deux évolutions microstructurales sur les propriétés mécaniques, une méthode spécifique a été mise en place. L'objectif de cette méthode est de tester mécaniquement deux microstructures qui ne diffèrent que par la présence ou non de particules TCP aux joints de grains. Les sur-survieillissements de 500 heures à 800°C et de 4000 heures à 700°C ont été sélectionnés pour faire grossir les γ'_{II} et faire précipiter deux fractions différentes de particules TCP. Le succès de cette méthode réside dans la réalisation de deux microstructures ayant des tailles moyennes en précipités γ'_{II} similaires à celles obtenues après les vieillissements à 800°C/500h et 700°C/4000h. Pour mettre en place cette méthode, il a été nécessaire d'établir la relation qui lie le diamètre des précipités γ'_{II} avec la vitesse de refroidissement post mise en solution *subsolvus*. Dans notre cas, il faut appliquer des vitesses de refroidissement d'environ 50°C/min et de 155°C/min pour obtenir des tailles moyennes de précipités équivalentes à celles obtenues après les vieillissements de 500h à 800°C et 4000h à 700°C respectivement.

Afin d'appliquer cette méthode, ces traitements thermiques adaptés ont été réalisés sur des ébauches cylindriques à Snecma Gennevilliers dans des fours régulés par flux d'azote avant d'être usinées au laboratoire Pprime selon le plan fourni page 43.

BIBLIOGRAPHIE

- BHOWAL, P., WRIGHT, E. et RAYMOND, E. (1990). Effects of Cooling Rate and Morphology on Creep and Stress Rupture Properties of a Powder Metallurgy Superalloy. *Metallurgical Transactions A*, 21A:1709–1717.
- BILLOT, T. (2010). *Comportement et endommagement en fatigue et fatigue fluage à haute température de différents états microstructuraux du superalliage base nickel Udimet 720*. Thèse de doctorat, LMPM, ISAE-ENSMA.
- BOUSSINOT, G., LE BOUAR, Y. et FINEL, A. (2010). Phase-field simulations with inhomogeneous elasticity : comparison with an atomic-scale method and application to superalloys. *Acta Materialia*, 58:4170–4181.
- DOI, M., MIYAZAKI, T. et WAKATSUKI, T. (2084). The effect of elastic interaction energy on the morphology of gamma prime precipitates in nickel based alloys. *Materials Science and Engineering*, 67:247–253.
- ENOMOTO, Y. et KAWASAKI, K. (1989). Computer simulation of Ostwald ripening with elastic field interactions. *Acta Metallurgica*, 37:1399–1406.
- FLAGEOLET, B. (2005). *Effet du vieillissement du superalliage base nickel N18 pour disques de turbines sur sa durabilité en fatigue et fatigue-fluage à 700C*. Thèse de doctorat, LMPM, Université de Poitiers.
- GES, A., FORNANO, O. et PALACIO, H. (1997). Long term coarsening of gamma prime precipitates in a nickel base superalloy. *Journal of Materials Science*, 32:3687–3691.
- GES, A., FORNARO, O. et PALACIO, H. (2007). Coarsening behaviour of a nickel base superalloy under different heat treatment conditions. *Materials Science and Engineering A*, 458(1-2):96–100.
- GREENWOOD, G. (1956). The growth of dispered precipitates in solutions. *Acta Metallurgica*, 4:243–248.

- KRISHNA, R., HAINSWORTH, S. V., GILL, S. P. A., STRANG, A. et ATKINSON, H. V. (2013). Topologically Close Packed μ Phase Precipitation in Creep Exposed Inconel 617 Alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 44:1419–1429.
- LE GRAVEREND, J.-B., CORMIER, J., CARON, P., KRUCH, S., GALLERNEAU, F. et MENDEZ, J. (2011). Numerical simulation of γ/γ' microstructural evolutions induced by TCP-phase in the MC2 nickel base single crystal superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 528:2620–2634.
- LI, D. et CHEN, L. (1998). Shape evolution and splitting of coherent particles under applied stresses. *Acta materialia*, 47(1):247–257.
- LIFSHITZ, I. et SLYOZOV, V. (1961). The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions. *Journal of Physical Chemistry Solids*, 19:35–50.
- MAO, J., CHANG, K., YANG, W., FURRER, D., RAY, K. et VAZE, S. (2002). Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy Rene88DT. *Materials Science and Engineering A*, 332:318–329.
- MAO, J., CHANG, K.-M., YANG, W., RAY, K., VAZE, S. P. et FURRER, D. U. (2001). Cooling Precipitation and Strengthening Study in Powder Metallurgy Superalloy U720Li. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 32A:2441–2452.
- MATAVELI SUAVE, L., CORMIER, J., VILLECHAISE, P., SOULA, A., HERVIER, Z., BERTHEAU, D. et LAIGO, J. (2014). Microstructural evolutions during thermal aging of Alloy 625 : Impact of temperature and forming process. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 45:2963–2982.
- MOSHTAGHIN, R. et ASGARI, S. (2003). Growth kinetics of γ' precipitates in superalloy IN738LC during long term aging. *Materials and Design*, 24:325–330.
- NEMBACH, E. et NEITE, G. (1985). Precipitation hardening of superalloys by ordered γ' particles. In *Progress in Materials Science*, volume 29, pages 177–319. Great Britain, pergamon édition.
- OSTWALD, W. (1901). *Analytische Chemie (3rd Edition)*. Leipzig, engelmann édition.
- PESSAH-SIMONETTI, M. (1994). *Effets des instabilités microstructurales sur les propriétés mécaniques du superalliage monocristallin MC2*. Thèse de doctorat, Université Paris XI Orsay.
- POLLOCK, T. et ARGON, A. (1992). Creep resistance of CMSX3 nickel base superalloy single crystal. *Acta Metallurgica and Materialia*, 40:1–30.
- POLLOCK, T. M. et TIN, S. (2006). Nickel Based Superalloys for Advanced Turbine Engines : Chemistry, Microstructure and Properties. *Journal of Propulsion and Power*, 22:361–374.
- QIN, X., GUO, J., YUAN, C., HOU, J., ZHOU, L. et YE, H. (2012). Long term thermal exposure responses of the microstructure and properties of a cast Nickel base superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 543:121–128.
- RADIS, R., SCHAFFER, M., ALBU, M., KOTHLEITNER, G., PÖLT, P. et KOZESCHNIK, E. (2009). Multimodal size distributions of γ' precipitates during continuous cooling of Udimet 720Li. *Acta Materialia*, 57:5739–5747.

- RAE, C. et REED, R. (2001). The precipitation of topologically closenpacked phases in rhenium containing superalloys. *Acta Materialia*, 49:4113–4125.
- RAE, C. M. F., HOOK, M. S. et REED, R. C. (2005). The effect of TCP morphology on the development of aluminide coated superalloys. *Materials Science and Engineering A*, 396: 231–239.
- RAUJOL, S. (2004). *Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques de turbine*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse - CEMES.
- REED, R. (2006). *The Superalloys, Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, Cambridge, UK.
- REPPICH, B. et SCHUMANN, G. (1988). Electron microscopy of gamma prime particles in Ni-based superalloys. *Materials Science and Engineering A*, 101:171182.
- SEQUEIRA, A., CALDERON, H. et KOSTORZ, G. (1994). Shape and growth anomalies of gamma prime precipitates in Ni-Al-Mo alloys induces by elastic interaction. *Scripta Metallurgica and Materialia*, 30:7–12.
- SHARGHI-MOSHATGHIN, R. et ASGARI, S. (2004). The effect of thermal exposure on the γ characteristics in a Nickel base superalloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 368:144–151.
- SIMONETTI, S. et CARON, P. (1998). Role and behaviour of mu phase during deformation of a nickel base single crystal superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 254:1–12.
- SINGH, A., NAG, S., CHATTOPADHYAY, S., REN, Y., TILEY, J., VISWANATHAN, G., FRASER, H. et BANERJEE, R. (2013). Mechanisms related to different generations of gamma prime precipitation during continuous cooling of a nickel base superalloy. *Acta Materialia*, 61:280–293.
- STEVENS, R. et FLEWITT, P. (1979). The effect of gamma prime precipitate coarsening during isothermal aging and creep of the nickel base superalloy IN-738. *Materials Science and Engineering*, 37(3):237–247.
- TIEN, J. et COPLEY, S. (1971). The effect of orientation and sense of applied uniaxial stress on the morphology of coherent gamma prime precipitates in stress annealed nickel base superalloy crystals. *Metallurgical Transactions*, 2:543–553.
- TILEY, J., VISWANATHAN, G., SRINIVASAN, R., BANERJEE, R., DIMIDUK, D. et FRASER, H. (2009). Coarsening kinetics of gamma prime precipitates in the commercial nickel base superalloy Rene88DT. *Acta Materialia*, 57:2538–2549.
- VAUÑOIS, J.-R., CORMIER, J., VILLECHAISE, P., DEVAUX, A. et FLAGEOLET, B. (2010). Influence of both gamma prime distribution and grain size on the tensile properties of UDIMET 720Li at room temperature . In *Superalloy 718 and Derivatives*, pages 199–213, Pittsburgh, PA, USA. TMS.
- VERSNYDER, F. et SHANK, M. (1970). Development of columnar grain and single crystal high-temperature materials through directional solification. *Materials Science and Engineering*, 6:213–247.

- WAGNER, C. (1961). Theory of precipitate change by redissolution. *Zeitschrift für Elektrochemie*, 65:581–591.
- WANG, J., ZHOU, L., QIN, X., SHENG, L., HOU, J. et GUO, J. (2012). Primary MC decomposition and its effects on the rupture behaviors in hot corrosion resistant Ni base superalloy K444. *Materials Science and Engineering A*, 553:14–21.
- WESSMAN, A., LAURENCE, A., CORMIER, J., VILLECHAISE, P., BILLOT, T. et FRANCHET, J.-M. (2016). Thermal stability of cast and wrought alloy Rene 65. *In Proceedings of the 13th International Symposium on Superalloys*, Seven Springs, PA, USA. TMS (Accepted for publication).
- WLODEK, S., KELLY, M. et ALDEN, D. (1992). The Structure of N18. *In Proceedings of the 7th International Symposium on Superalloys*, pages 467–476, Seven Springs, PA, USA. TMS.
- WLODEK, S., KELLY, M. et ALDEN, D. (1996). The structure of Rene 88DT. *In Proceedings of the 8th International Symposium on Superalloys*, pages 129–136, Seven Springs, PA, USA. TMS.
- ZHAO, K., MA, Y., LOU, L. et LU, Z. (2005). Mu phase in a nickel base directionally solidified alloy. *Materials Transactions*, 46:54–58.

CHAPITRE

— III —

RÉPERCUSSIONS DU
SUR-VIEILLISSEMENT
MÉTALLURGIQUE SUR LES
PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES À 700°C

Sommaire

Introduction	107
III.1 Influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques : éléments bibliographiques	109
III.1.1 Mécanismes de déformation dans les superalliages durcis par précipitation	109
III.1.2 Influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques	116
III.1.3 Influence de la précipitation intragranulaire sur les propriétés mécaniques	123
III.1.4 Influence de la précipitation de particules TCP sur les propriétés mécaniques	128
III.2 Influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques du René 65	130
III.2.1 Traction monotone	131
III.2.2 Impact de la croissance des précipités γ' sur les propriétés en fluage à 700°C	134
III.2.3 Impact de la croissance des précipités γ' sur les propriétés en fatigue-temps de maintien à 700°C	144
III.2.4 Impact des particules TCP sur les propriétés en fluage à 700°C	153
III.3 Discussion	170
III.3.1 Impact des microstructures granulaire et de précipitation sur les propriétés mécaniques	170
III.3.2 Impact des particules TCP sur les propriétés mécaniques	176
III.4 Synthèse	182

Introduction

La conception des disques de turbines prend en compte les propriétés mécaniques en traction, fatigue, fluage ainsi que la résistance à la propagation des fissures des alliages utilisés. Maîtriser les liens entre les propriétés mécaniques et la microstructure de ces matériaux à différentes échelles est donc essentiel.

Dans ce chapitre, un rappel bibliographique sur l'influence des paramètres microstructuraux (taille de grains, microstructure de précipitation γ' , nucléation de phases TCP) sur les propriétés mécaniques en général des superalliages base nickel sera abordé dans un premier temps.

Ensuite, l'impact du grossissement des précipités γ' intragranulaires ainsi que de la précipitation de phases TCP sur les propriétés mécaniques du René 65 à 700°C (traction, fluage et fatigue-temps de maintien essentiellement) sera présenté, puis discuté.

III.1 Influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques : éléments bibliographiques

III.1.1 Mécanismes de déformation dans les superalliages durcis par précipitation

III.1.1.a Rôle de la phase γ'

Beardmore *et al.* furent parmi les premiers à avoir étudié les caractéristiques mécaniques des phases γ et γ' , séparément ou combinées, pour des alliages simples de type Ni-Cr-Al ayant des teneurs en Al différentes [Beardmore *et al.*, 1969]. D'après leurs travaux, la limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique est, non seulement dépendante de la température, mais aussi de la fraction volumique de la phase γ' (Figure III.1). Sur la plage de températures allant de 200°C à 900°C, la limite d'élasticité de la phase γ' est largement supérieure à celle de la phase γ . Par ailleurs, les caractéristiques mécaniques de la phase γ' seule s'améliorent d'autant plus que la température augmente, jusqu'à atteindre un maximum vers 800°C-900°C. Après ce pic, la limite d'élasticité des deux phases combinées suit une loi des mélanges, dans la mesure où elle correspond à la moyenne pondérée des valeurs associées aux phases γ et γ' . À l'inverse, pour des températures inférieures à ce pic, les matériaux biphasés présentent une limite d'élasticité d'autant meilleure que la fraction volumique de γ' est faible.

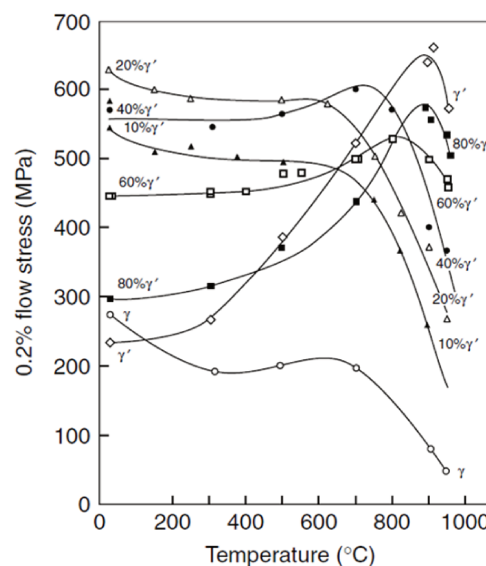


Figure III.1 – Évolution de la limite d'élasticité selon la température et la fraction de la phase γ' [Beardmore *et al.*, 1969].

D'après la Figure III.1, le René 65 qui présente une fraction volumique de phase γ' d'environ 35-40% [Bond *et al.*, 2014] [Heaney *et al.*, 2014], aurait une limite d'élasticité maximale dans l'intervalle 600-700°C.

Les variations des limites d'élasticité en fonction de la température sont liées aux différents

mécanismes de déformation plastique à l'échelle des dislocations.

Une étude réalisée sur plusieurs superalliages monocristallins a permis de schématiser les trois domaines de température au cours desquels différents mécanismes de déformation plastique ont lieu [Hüther et Reppich, 1978] (Figure III.2).

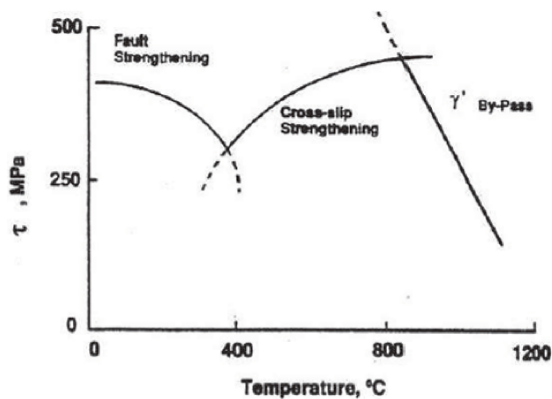


Figure III.2 – Mécanismes responsables de la déformation plastique à l'échelle des dislocations [Hüther et Reppich, 1978].

Ainsi, trois domaines de température sont à considérer :

- Entre 20°C et 550°C, la déformation plastique est majoritairement contrôlée par le cisaillement des précipités γ' . Les dislocations parfaites de matrice se dissocient en dislocations partielles en créant des défauts d'empilement. Ces derniers gênent le mouvement des dislocations, ce qui contribue à augmenter la résistance du matériau. Ce mécanisme est actif à température ambiante et disparaît progressivement lorsque la température augmente, ce qui conduit à la diminution progressive de la limite d'élasticité [Milligan et Antolovich, 1989].
- Entre 550°C et 750°C, la limite d'élasticité augmente grâce au fait que les dislocations dissociées adoptent une configuration de type verrous de Kear-Wiltsdorf dans la phase γ' [Kear et Wiltsdorf, 1962]. Il s'agit d'un mécanisme par glissement dévié dans les plans cubiques, qui contribue au durcissement du matériau. La structure de dislocations est alors plus homogène.
- Pour des températures supérieures à 750°C, le mécanisme de déformation par contournement des précipités devient prépondérant. À ces températures, les plus petits précipités γ' intragranulaires coalescent ou sont dissouts, augmentant ainsi les distances inter-particulaires, ce qui favorise le contournement des précipités plutôt que leur cisaillement. Par conséquent, les dislocations peuvent se mouvoir plus facilement, ce qui entraîne une chute de la limite d'élasticité.

De plus, les propriétés mécaniques sont également dépendantes de la taille et de la morphologie des précipités ainsi que de la taille des grains. Ceci sera abordé par la suite.

Étant donné que les disques de turbine voient en général des températures de service pou-

avant atteindre 700°C et que les essais mécaniques présentés par la suite seront majoritairement réalisés à cette température, il est fort probable que les mécanismes de contournement et de cisaillement des précipités soient activés, de manière combinée et/ou successive. Par conséquent, il est nécessaire d'en détailler les grands principes.

III.1.1.b Mécanisme de contournement des précipités

Le contournement d'Orowan a lieu lorsqu'une dislocation parfaite de matrice franchit dans le plan de glissement un précipité cohérent en se courbant, et en laissant autour de celui-ci une boucle dite d'Orowan (Figure III.3).



Figure III.3 – Schéma illustrant le contournement d'Orowan [Raujol, 2004].

Pour que le contournement ait lieu, il est nécessaire que la contrainte soit supérieure à la contrainte d'Orowan (Équation III.1), qui dépend de la tension de la ligne de dislocation T , du vecteur de burgers b , et de la distance inter-précipités L dans un plan de glissement, plan $\{111\}$ dans notre cas.

$$\tau_{Orowan} = \frac{2T}{bl} \quad (III.1)$$

Cette contrainte d'Orowan peut également être formulée en fonction du rayon R des précipités, de leur fraction volumique f_v et du module de cisaillement (Équation III.2). Ainsi, le mécanisme de contournement est fortement dépendant de la taille (donc de la cohérence), de la fraction et des distances inter-précipités.

$$\tau_{Orowan} = \frac{\mu b}{2R} \sqrt{f_v} \quad (III.2)$$

Lorsque la contrainte d'Orowan n'est localement pas atteinte, les dislocations peuvent franchir les précipités en les cisillant. C'est ce que nous allons aborder ci-après.

N.B : Lorsque la sollicitation mécanique est appliquée à haute température (souvent au-delà de la température d'utilisation des superalliages polycristallins), un autre mécanisme de déformation peut avoir lieu : le contournement par montée de dislocations [Manonukul et al., 2002]. Ce mécanisme a lieu lorsque la contrainte est assez faible et lorsque les plus petits précipités γ' intragranulaires coalescent sous l'effet de la température, augmentant la distance inter-particulaire. Ainsi, les dislocations parfaites de matrice passent "au-dessus" des précipités en quittant leur plan de glissement.

III.1.1.c Mécanisme de cisaillement

Avec création d'une paroi d'antiphase

Lorsqu'une dislocation parfaite $a/2\langle 110 \rangle$ rencontre une zone de précipitation, elle se courbe entre ces précipités sous l'action de la contrainte appliquée. Si la force exercée sur les précipités par la dislocation est suffisamment élevée, les précipités sont alors cisailés. Ce faisant, la dislocation modifie l'ordre cristallographique du précipité et crée un défaut plan (dit APB pour Anti Phase Boundary) sur le plan de glissement. Cela se traduit par un décalage de l'interface particule /matrice d'une distance $\|\vec{b}\|$ (Figure III.4).

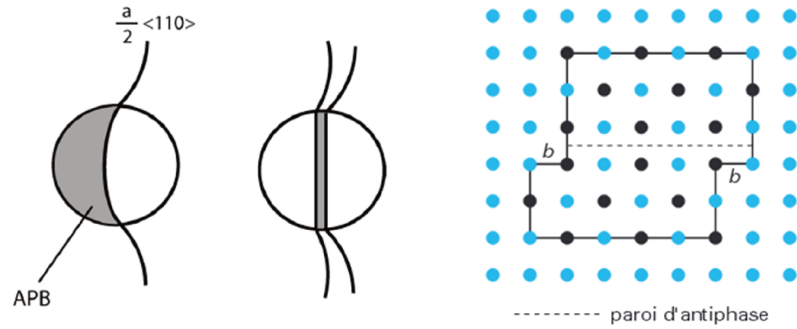


Figure III.4 – Schéma illustrant le cisaillement d'un précipité par une première dislocation parfaite, créant une paroi d'antiphase (APB), puis restauration de l'ordre cristallographique après le second passage d'une dislocation parfaite [Raujol, 2004].

Pour que l'ordre cristallographique soit rétabli dans le précipité, le passage d'une seconde dislocation parfaite $a/2\langle 110 \rangle$ ayant le même vecteur de Burgers que la première est nécessaire. Ces deux dislocations peuvent s'apparier et cisailier le précipité en même temps, ce qui forme une "superdislocation" (Figure III.4).

La taille des précipités va jouer un rôle important dans le mode de cisaillement par une superdislocation. En effet, si les précipités sont de petites tailles, les deux dislocations parfaites de matrice sont faiblement couplées. Cela se traduit par une bande de précipités cisailés contenant des fautes d'empilement (Figure III.6.a). En revanche, les deux dislocations parfaites seront fortement couplées si les précipités ont une taille plus conséquente. Dans ce cas, les dislocations traversent ensemble les mêmes particules (Figure III.6.b). Par conséquent la contrainte de cisaillement s'exprime selon l'équation III.3 pour les paires de dislocations faiblement couplées et selon l'équation III.4 lorsqu'elles sont fortement couplées.

$$\Delta\tau = \frac{1}{2} \left(\frac{\gamma}{b} \right)^{3/2} \left(\frac{bDf}{T} \right)^{1/2} A - \frac{\gamma f}{2b} \quad (\text{III.3})$$

$$\Delta\tau = \frac{1}{2} \left(\frac{Gb}{L_p} \right) \frac{2w}{\pi} \left(\frac{\pi D\gamma}{wGb^2} - 1 \right)^{1/2} \quad (\text{III.4})$$

Où :

γ est l'énergie de l'APB dans les plans $\{111\}$, b la norme du vecteur de Burgers, D et f

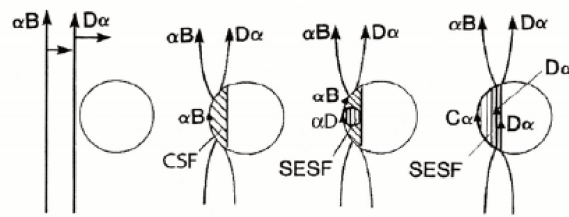
le diamètre moyen et la fraction des précipités respectivement, T la tension de ligne de la dislocation, A un facteur dépendant de la morphologie des particules (de 0,72 pour les particules sphériques), G le module de cisaillement, L_p la distance moyenne entre les centres de deux précipités et w une constante prenant en compte l'énergie élastique de répulsion entre les dislocations fortement couplées.

Avec création de défauts complexes

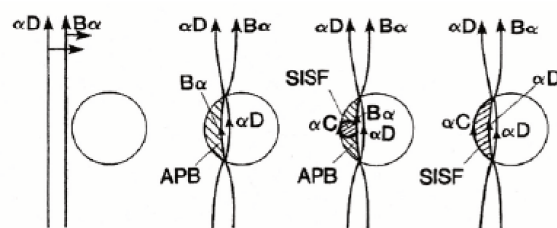
Le cisaillement avec création de faute d'empilement fait référence à une modification de la séquence d'empilement des plans $\{111\}$ de la structure CFC. Ce type de défaut peut être créé dans la matrice par une dislocation partielle de Schockley de vecteur de Burgers de type $a/6\{112\}$, issue de la dissociation d'une dislocation parfaite de matrice. Le cisaillement des précipités γ' par une partielle de Schockley crée un défaut complexe CSF (Complex Stacking Fault), qui associe un défaut d'empilement dans les plans $\{111\}$ et une APB.

Lorsqu'une superpartielle de Schockley de type $a/3\{112\}$ (i.e. association de deux partielles de Schockley) provoque un défaut d'empilement dans un plan $\{111\}$, il se crée un défaut dit intrinsèque SISF (Superlattice Intrinsic Stacking Fault). S'il y a création d'un défaut d'empilement sur deux plans $\{111\}$ après son passage, le défaut est dit extrinsèque SESF (Superlattice Extrinsic Stacking Fault). Un autre défaut impliquant un réarrangement de l'ordre cristallographique de la phase γ' peut également avoir lieu après le passage d'une superpartielle de Schockley.

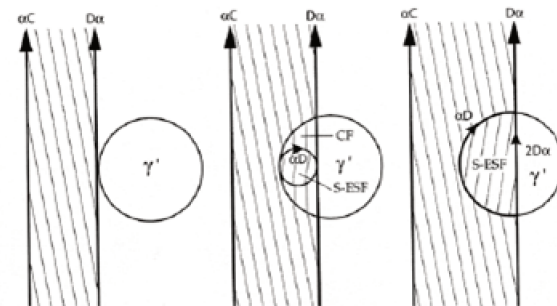
Plusieurs mécanismes ont été proposés pour expliquer les différentes dissociations possibles des dislocations conduisant à des défauts intrinsèques ou extrinsèques (dits fautes de super-réseau) dont les contrastes en transmission diffèrent [Kear *et al.*, 1970] [Condat et Décamps, 1987] [Décamps *et al.*, 1991] [Raujol *et al.*, 2004] [Kolbe, 2001] [Knowles et Chen, 2003]. Ces mécanismes, dont l'analyse est basée sur des observations en microscopie en transmission, contribuent au cisaillement des précipités et/ou de la matrice séparément ou de façon combinée. Ils sont nombreux et dépendent à la fois des microstructures et des conditions de sollicitation (nature du chargement mécanique (traction, fluage, fatigue, etc), amplitude des efforts, température, etc). La figure III.5 illustre une sélection des mécanismes les plus mentionnés.



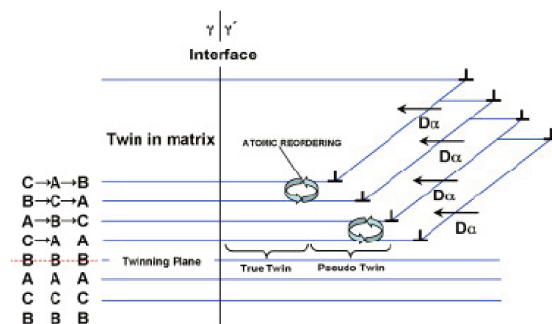
Mécanisme de cisaillement de précipité
avec création d'une faute SESF dans le
précipité [Décamps *et al.*, 1994]



Mécanisme de cisaillement de précipité
avec création d'un défaut de type SISF
dans le précipité [Décamps *et al.*, 1991]



Mécanisme de cisaillement de précipité
avec création d'un défaut de type SESF
dans le précipité et d'une faute intrinsèque
dans la matrice [Raujol, 2004]



Mécanisme de cisaillement des précipités
par micromaclage [Kolbe, 2001]

Figure III.5 – Différents mécanismes de cisaillement des précipités et/ou de la matrice.

III.1.1.d Transitions entre les mécanismes de déformation

Nous venons de voir que la fraction et la taille des précipités jouent un rôle important quant au mode de franchissement de ces derniers par les dislocations au cours d'une sollicitation mécanique. Les travaux de Hüther et Reppich mettent en évidence la présence d'un diamètre critique des précipités pour lequel il y a une transition entre les mécanismes de cisaillement et de contournement [Hüther et Reppich, 1978]. La figure III.6 représentant la scission critique résolue (CRSS) en fonction du diamètre des précipités permet de synthétiser les différents modes de franchissement de ces derniers.

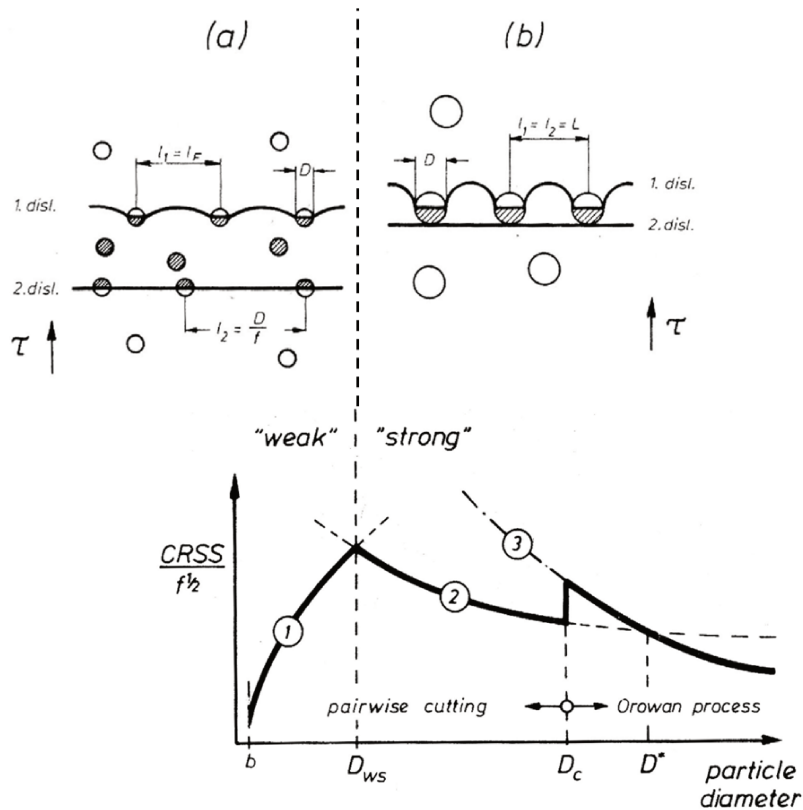


Figure III.6 – Évolution de la scission critique résolue en fonction du diamètre des précipités [Hüther et Reppich, 1978].

Ainsi, plus les précipités sont petits, plus la largeur des couloirs inter-précipités est faible, plus le mécanisme de cisaillement sera privilégié. À l'inverse, lorsque les précipités sont gros et espacés les uns des autres, le contournement est le mécanisme prépondérant. C'est pourquoi les microstructures multimodales présentent souvent une combinaison de ces mécanismes. Une récente étude, menée sur différents superalliages présentant des précipitations intragranulaires monomodales et multimodales, a montré qu'il existe une configuration intermédiaire de couplage des dislocations qui permet de relier les configurations de paires faiblement et fortement couplées [Galindo-Nava *et al.*, 2015].

De plus, les conditions d'essais (température et contrainte de chargement) vont aussi influencer les mécanismes de déformation. Par exemple, Unocic *et al.* ont étudié le comporte-

ment en fluage du René 88DT et du René 104, selon la température, pour des chargements de fluage de 834 MPa et 690 MPa respectivement [Unocic *et al.*, 2008]. D'après leurs observations, les mécanismes de déformation évoluent comme suit :

- À basses températures, les précipités sont cisailés par des dislocations parfaites de matrice avec création de défauts plans (APB).
- Entre [600°C-760°C], les précipités sont cette fois-ci cisailés par des dislocations partielles isolées ou par micromaillage.
- À $T > 760^\circ\text{C}$, les précipités sont contournés par montée de dislocations parfaites. Des cisaillements étendus avec création de défauts extrinsèques sont également observés.

Les mécanismes de déformation activés dès 600°C sont fortement dépendants des fractions des précipités intragranulaires ainsi que de leurs évolutions au cours de l'essai. Cela complète donc l'étude de Hüther et al [Hüther et Reppich, 1978].

En conclusion, comme le René 65 présente initialement une double population de précipités intragranulaires (dans l'état de référence de la couronne), et que les essais se feront essentiellement à 700°C-800MPa, il est alors probable qu'il y ait une combinaison de plusieurs mécanismes de déformation. De plus, la taille des précipités γ'_{II} évoluant au cours du sur-vieillissement, il est probable que des changements de mécanismes de déformation à chaud surviennent. C'est pourquoi nous nous intéresserons par la suite à l'impact de la microstructure sur les propriétés mécaniques sur cette plage de température et de contrainte appliquée.

III.1.2 Influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques

L'influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques des superalliages base nickel dépend à la fois de la sollicitation mécanique exercée et des conditions de sollicitation. Ce paragraphe détaille l'influence de ce paramètre microstructural sur les sollicitations de type traction et fatigue oligocyclique d'une part, et sur les sollicitations dépendantes du temps de type fluage et fatigue avec temps de maintien d'autre part.

En traction et en fatigue oligocyclique

Les superalliages base nickel doivent présenter de fortes limites d'élasticité et de résistance en traction entre la température ambiante et $\sim 450^\circ\text{C}$ afin notamment d'assurer la meilleure résistance possible à l'éclatement du disque soumis aux efforts centrifuges au niveau de l'alésage [Vaunois *et al.*, 2010]. Or, pour améliorer la limite d'élasticité et la résistance à la fatigue, il est nécessaire que les superalliages aient un squelette granulaire fin [Gabb *et al.*, 2011] [Mathey, 1994] [Torster *et al.*, 1997] [Billot, 2010] en accord avec la loi Hall et Petch :

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (\text{III.5})$$

Avec σ la limite d'élasticité du matériau, σ_0 la limite d'élasticité d'un matériau isotrope à

gros grains, k une constante dépendante du matériau et d le diamètre moyen des grains.

Par exemple, Bain *et al.* ont testé en traction différentes structures granulaires d'U720 dont les tailles de grains varient de 8,8 à 0 ASTM (soit de 16 μm à 320 μm) ainsi qu'une microstructure duale [Bain *et al.*, 1988]. Ces essais ont été réalisés à température ambiante et à 650°C. La figure III.7 montre que la limite d'élasticité (YS) et la contrainte maximale (UTS) sont d'autant plus élevées que la taille de grains est faible (i.e. que la valeur ASTM est grande).

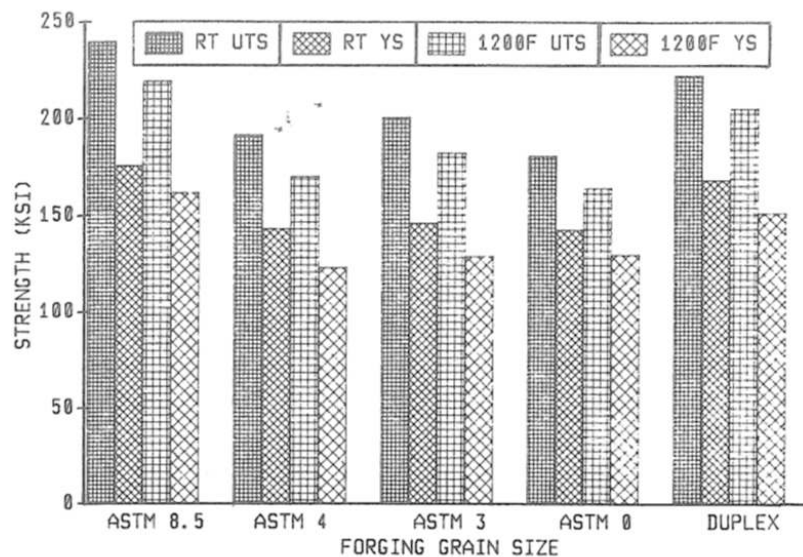


Figure III.7 – Impact de la taille de grains sur les propriétés en traction de l'U720 à l'ambiante et à 650°C (YS = Yield Stress et UTS = Ultimate Tensile Stress) [Bain *et al.*, 1988].

De plus, de nombreuses études montrent que les propriétés en fatigue oligocyclique sont également meilleures lorsque le squelette granulaire est fin [Bain *et al.*, 1988] [Jain *et al.*, 2000] [Torster *et al.*, 1997]. La présence de gros grains a été reportée comme étant extrêmement néfaste sur la durée de vie en fatigue, et serait à l'origine des dispersions du nombre de cycles à rupture [Flageolet, 2005]. On retrouve ce résultat dans les microstructures duales. Par exemple, Gabb *et al.* ont étudié le comportement et l'endommagement en fatigue à 704°C d'un superalliage issu de la métallurgie des poudres, dont la taille moyenne des grains évolue graduellement de 5,8 μm à 38 μm puis 55 μm selon la zone à cœur de disque, de transition et en dent de disque respectivement [Gabb *et al.*, 2011]. D'après leur étude, la durée de vie en fatigue de la zone de transition (contenant à la fois des gros grains et des grains fins) et de la zone en dent de disque est plus faible que celle à cœur de disque (contenant des grains fins) (Figure III.8). Cet abattement de durée de vie provient d'un amorçage de fissures systématique sur des facettes de gros grains.

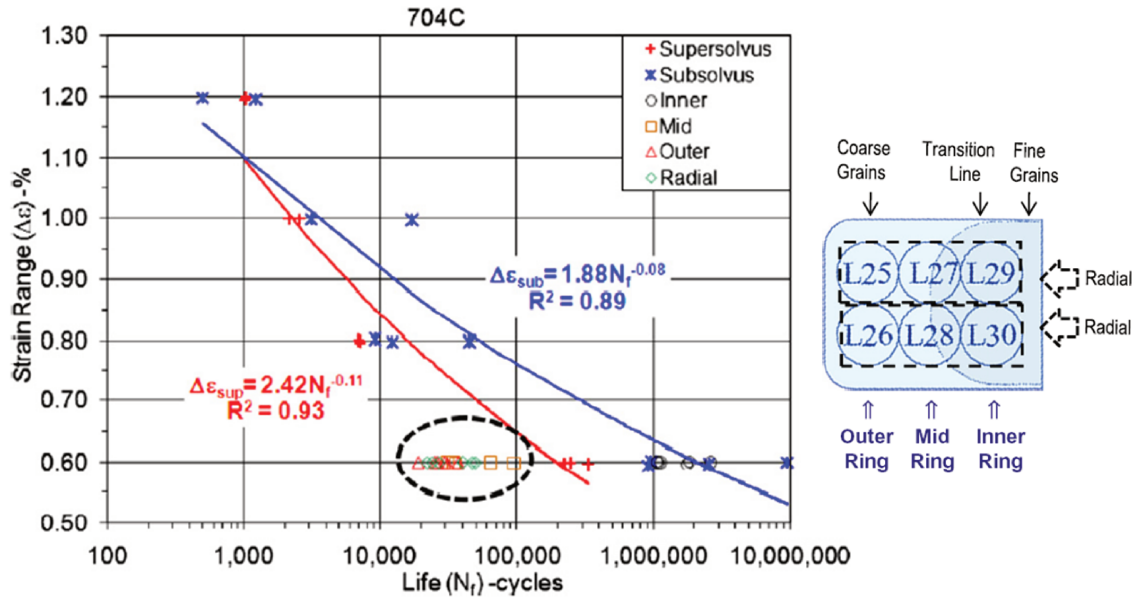


Figure III.8 – Comparaison des durées de vie en fatigue à 704°C des éprouvettes issues du disque traité dual à celles issues du disque traité *super-solvus* (qui possède une taille de grains homogène) [Gabb *et al.*, 2011].

Ainsi, la taille maximale des gros grains serait le facteur qui gouverne la durée de vie et la propagation des fissures en fatigue. Cela rejoint les travaux de Pang *et al.* sur l'U720Li qui précisent également que l'oxydation (à ces températures de sollicitation) peut être à l'origine d'une transition d'un mode de propagation des fissures intragranulaire à intergranulaire [Pang et Reed, 2003].

Cela confirme que les joints de grains ont un rôle très important vis-à-vis de l'endommagement en traction et en fatigue. Phillips *et al.* ont observé dans le superalliage polycristallin René 104 (aussi appelé ME3), que des bandes de glissement émanent des joints de grains prouvant que ces derniers peuvent être des sources de dislocations actives [Phillips *et al.*, 2012]. Ce processus favorisant une plasticité accrue au voisinage des joints de grains pourrait alors conduire à l'amorçage de fissures. D'autres auteurs ont montré dans l'U720Li que l'interaction entre des bandes de glissement formées à cœur dans le grain et les joints de grains pouvait, pour certaines configurations, conduire à la formation de "microvolumes" au sein desquels de fortes rotations cristallines localisées apparaissent et favorisent l'amorçage de fissures [Larrouy *et al.*, 2015]. Dans les deux cas, ces processus conduisent à un endommagement intergranulaire.

En fluage et fatigue-temps de maintien

Précédemment il a été montré que pour obtenir une limite d'élasticité élevée et de bonnes propriétés en fatigue à 20°C, il est nécessaire que le matériau ait une structure granulaire fine en accord avec la loi de Hall-Petch (cf équation III.5). À plus hautes

températures (à partir de 500°C), les sollicitations dépendantes du temps telles que le fluage et la fatigue-temps de maintien prennent de l'importance. C'est par exemple le cas en dent de disque pour laquelle ces chargements deviennent plus importants devant la fatigue pure. Or, dès lors que les processus de viscoplasticité sont mis en œuvre, l'amélioration des propriétés mécaniques passe généralement par l'augmentation de la taille de grains.

En effet, plus la taille de grains est faible, plus la fraction de joints de grains est grande. Cela signifie alors qu'il existe d'autant plus de sites favorables à la cavitation (par diffusion de lacunes) ainsi qu'au glissement intergranulaire, ce dernier étant par ailleurs assisté par l'oxydation. Par conséquent, la diminution de la taille de grains contribue à un abattement des propriétés en fluage du matériau. Ainsi la compréhension de la contribution des joints de grains sur la durabilité des matériaux en fluage est primordiale. Soula *et al.* ont mis en évidence les paramètres conduisant au glissement intergranulaire en fluage dans le NR6 par microextensométrie [Soula, 2008].

D'après cette étude, le glissement intergranulaire est dépendant de :

- la température et de la contrainte de sollicitation : plus elles sont faibles, plus l'amplitude du glissement intergranulaire est grande.
- l'incompatibilité de déformation entre les grains voisins : cette dernière augmente la contrainte locale au niveau des joints de grains, ce qui favorise le glissement.
- la nature des joints de grains : les joints généraux ($\Sigma > 29$) sont plus enclins à glisser que les joints spéciaux ($3 \leq \Sigma \leq 29$).
- l'orientation du joint de grains par rapport à l'axe de sollicitation : l'amplitude du glissement intergranulaire est maximale lorsque l'orientation du joint de grains est de 45°.

Afin de retarder le glissement intergranulaire, il est possible de modifier la morphologie des joints de grains en créant des dentelures [Danflou *et al.*, 1996] [Wisniewski et Beddoes, 2009] [Yeh *et al.*, 2011]. Cette modification de morphologie des joints de grains peut être réalisée en adaptant la vitesse de refroidissement post mise en solution afin de faire précipiter des γ' au voisinage des joints de grains, qui vont ancrer ces derniers et créer ces dentelures. Cette procédure se révèle particulièrement efficace pour améliorer la durée de vie en fluage à très hautes températures et basses contraintes [Thibault *et al.*, 2013].

Ainsi, la taille de grains est un paramètre microstructural très important vis-à-vis des propriétés en fluage des superalliages. Son niveau d'influence dépend des conditions de sollicitations. Par exemple, la taille de grains gouverne à l'ordre 1 les propriétés en fluage à 850°C du superalliage AD730TM (superalliage similaire au René 65) [Thébaud *et al.*, 2015]. D'après l'étude réalisée par Thébaud *et al.* sur une microstructure à grains fins ($\sim 10\mu\text{m}$), à gros grains ($\sim 350\mu\text{m}$) et sur une version monogranulaire orientée $\langle 001 \rangle$, la microstructure à gros grains ($\sim 350\mu\text{m}$) est de toute évidence plus résistante en fluage que celle à grains fins ($\sim 10\mu\text{m}$) en termes de durée de vie, d'allongement à rupture et de vitesse minimale de fluage (Figure III.9). Cependant, au-delà d'une certaine

taille de grains seuil, la taille de grains ne semble plus être le facteur qui gouverne les propriétés mécaniques puisque les éprouvettes monogranulaires étudiées ne présentent pas de meilleures propriétés mécaniques que la microstructure à gros grains (Figure III.9.b).

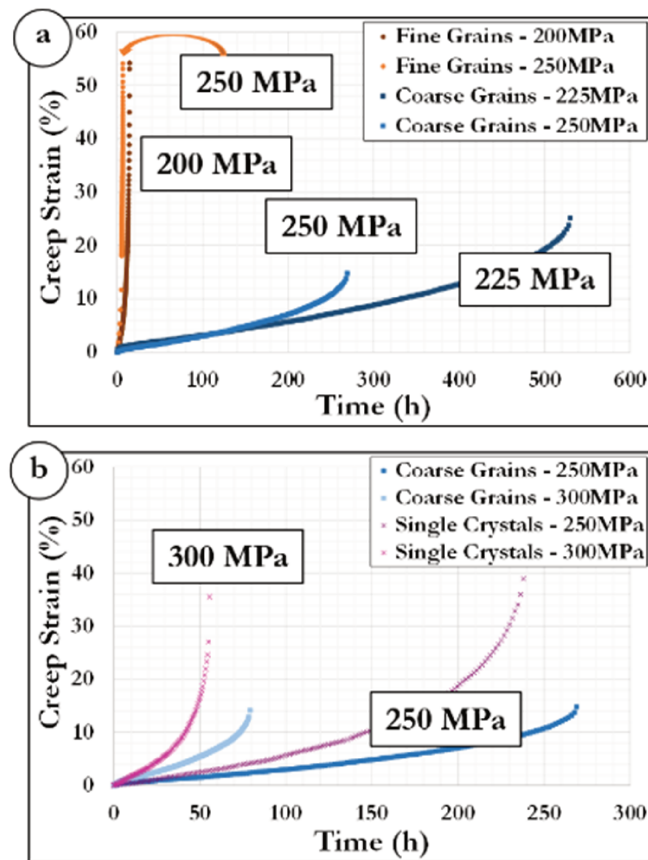


Figure III.9 – Impact de la taille de grains sur les propriétés en fluage à 850°C de l'AD730TM [Thébaud *et al.*, 2015]

De plus, l'observation des faciès de rupture de ces éprouvettes indique que l'endommagement est localisé au niveau des joints de grains, dû aux actions combinées du glissement intergranulaire, de l'oxydation et de la diffusion des cavités le long des joints de grains. Cependant, la même étude réalisée à 700°C et à des contraintes allant de 700MPa à 850MPa met en évidence un phénomène assez inattendu : les microstructures à gros grains et à grains fins présentent des propriétés en fluage similaires en termes de durée de vie et de vitesse minimale de déformation. Cela suggère alors que la taille de grains pour ces conditions de sollicitations, n'est plus le facteur du premier ordre gouvernant les propriétés en fluage [Thébaud *et al.*, 2015]. Ce phénomène avait déjà été observé par Locq *et al.* sur le NR3 [Locq *et al.*, 2004].

Par conséquent, la taille de grains n'est pas systématiquement le paramètre qui gouverne les propriétés mécaniques en fluage, contrairement aux sollicitations de type traction monotone et fatigue.

Enfin, l'influence de la taille de grains sur les propriétés en fatigue-temps de maintien

(dit fatigue-dwell ou fatigue-fluage par abus de langage) est plus complexe dans la mesure où un fort couplage opère entre les endommagements par fluage et par fatigue. En effet, en réalisant des essais successifs de fluage puis de fatigue sur le N18, Flageolet *et al.* ont mis en évidence que la durée de vie des essais en fatigue-temps de maintien est d'un ordre de grandeur plus faible que les essais équivalents de fluage puis fatigue [Flageolet, 2005]. Ce fort couplage est directement lié à la durée du temps de maintien à contrainte maximale Δt , car celui ci permet de déclencher ou non les mécanismes viscoplastiques de type fluage ou relaxation.

Plusieurs études menées sur différents superalliages base nickel ont montré qu'il existe, pour une température donnée, une plage de temps de maintien Δt propre à chaque matériau pour laquelle une transition a lieu entre un comportement dominé par le fluage ou par la fatigue [Billot, 2010] [Flageolet, 2005] [Thébaud *et al.*, 2015]. Dans le cas de l'AD730TM à 700°C, les courbes de fatigue-temps de maintien correspondant à un Δt inférieur à 10s se rapprochent d'une courbe de type fatigue pure, avec une faible vitesse de déformation et au final à une augmentation brutale de la déformation plastique apparente correspondant au développement d'une fissure principale conduisant à la rupture (Figure III.10). En revanche, lorsque le Δt est supérieur à 10s, le comportement mécanique des éprouvettes sollicitées en fatigue-temps de maintien ressemble davantage au comportement de type fluage pur, caractérisé par les trois stades de fluage (primaire, secondaire, et tertiaire [Thébaud *et al.*, 2015]).

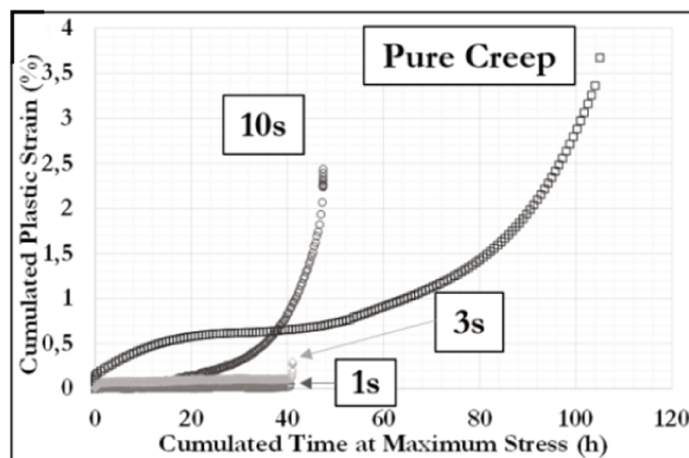


Figure III.10 – Impact du temps de maintien à contrainte maximale sur le comportement en fatigue fluage de l'AD730TM à 700°C/750MPa (R=0,05) [Thébaud *et al.*, 2015]

À la lumière de tous ces éléments de la littérature, il est clair que l'influence de la taille de grains sur les propriétés en fatigue-fluage est fonction du temps de maintien à contrainte maximale. En effet, si le temps de maintien est faible, alors le comportement mécanique se rapproche de celui en fatigue pure, et donc la taille de grains est le paramètre microstructural qui gouverne la réponse du matériau. En revanche, si le temps de maintien est long, le comportement mécanique se rapproche de celui en fluage, et la taille de grains peut ne pas

être le paramètre impactant à l'ordre 1 sur les propriétés en fluage.

Lorsque les conditions de sollicitations sont réunies, Villechaise *et al.* ont pu mettre en évidence l'impact de ce paramètre sur le comportement de l'U720Li en fatigue-fluage en testant à 700°C (temps de maintien $\Delta t = 10$ s à 800 MPa) deux microstructures ayant des squelettes granulaires différents (Figure III.11) [Villechaise *et al.*, 2012]. La première microstructure, dite homogène, présente un squelette granulaire homogène dont la taille de grains moyenne est de 276-374 μm . La deuxième microstructure, dite hétérogène, possède un squelette granulaire dont la taille moyenne est de 125-500 μm jalonné par des chapelets de petits grains de taille moyenne 40-60 μm . D'après la Figure III.11, la vitesse de déformation de l'état hétérogène est beaucoup plus élevée que celle de l'état homogène, ce qui est la conséquence des zones à petits grains et des joints de grains associés. Néanmoins les durées de vie sont du même ordre de grandeur. De plus, quels que soient la microstructure et l'environnement des essais (air ou vide secondaire) de fatigue-temps de maintien, la durabilité de l'U720Li est contrôlée par la création de microfissures aux joints de grains (Figure III.12).

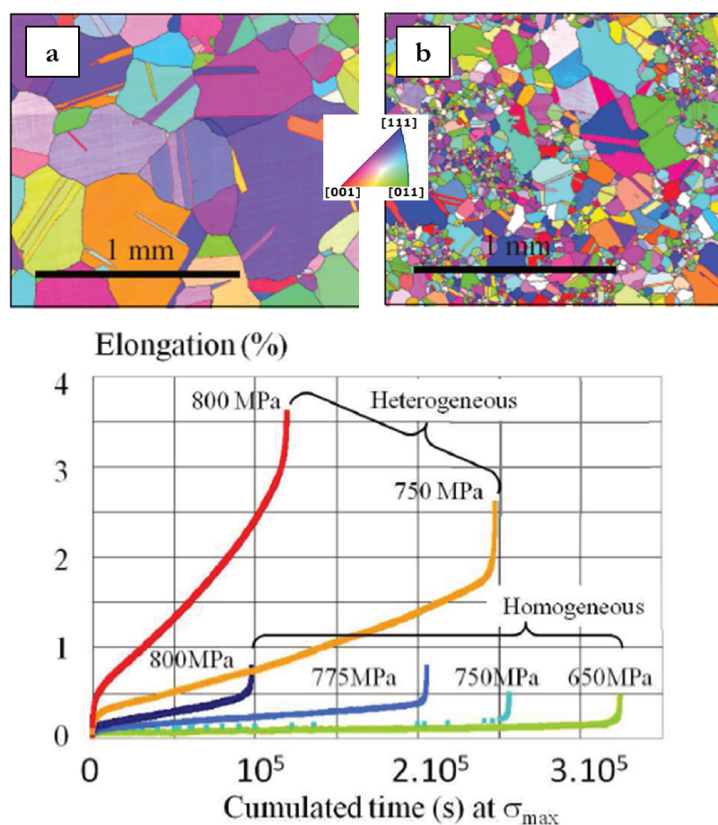


Figure III.11 – Impact de la taille de grains (ou fraction de joints de grains) sur le comportement de l'U720Li en fatigue-fluage (700°C, $\Delta t = 10$ s) avec (a) microstructure homogène et (b) microstructure hétérogène [Villechaise *et al.*, 2012].

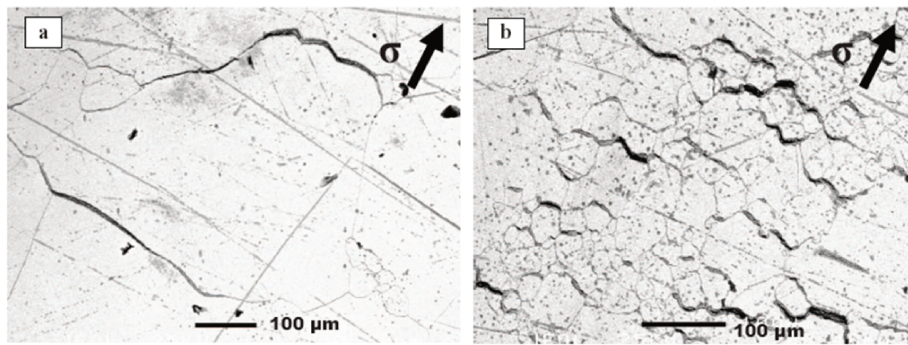


Figure III.12 – Fissures intergranulaires secondaires le long des fûts d'éprouvettes en U720Li sollicitées en fatigue-temps de maintien à 700°C/800MPa ($\Delta t=50s$) pour une structure homogène (a) et hétérogène (b) [Billot, 2010].

De plus, la taille des grains impacte également les processus d'endommagement en fatigue-fluage. En effet, l'introduction d'un temps de maintien, aussi faible soit-il, conduit au déchaussement des précipités γ'_I (ou à des incompatibilités de déformation à leurs interfaces avec la matrice) et favorise l'amorçage de petites fissures à cœur ainsi qu'en surface (Figure III.12). La propagation de fissures, quant à elle, est d'autant plus rapide que la densité de joints de grains est élevée, que le temps de maintien Δt est élevé et que le processus est assisté par l'oxydation [Flageolet, 2005].

III.1.3 Influence de la précipitation intragranulaire sur les propriétés mécaniques

En traction et fatigue oligocyclique

Bien que la taille de grains soit le paramètre microstructural qui gouverne les propriétés en traction et en fatigue à l'ordre 1 (cf paragraphe III.1.2), la précipitation intragranulaire est également influente, en particulier sur les mécanismes de déformation. En traction monotone, la limite d'élasticité, la résistance à la traction ainsi que la ductilité sont liées à la précipitation intragranulaire. En effet, la limite d'élasticité maximale peut être ajustée en optimisant les traitements thermiques post mise en solution afin d'obtenir une microstructure intragranulaire fine, à défaut d'avoir une taille de grains optimale. C'est ce qu'ont prouvé Vaunois *et al.* sur l'U720Li en testant, à température ambiante, différentes microstructures à la fois en termes de squelettes granulaires et de précipitations intragranulaires [Vaunois *et al.*, 2010]. D'après la figure III.13, il apparaît clairement que la limite d'élasticité ainsi que la résistance à la traction varient en fonction de la microstructure de précipitation. Ces résultats concordent avec les travaux de Locq *et al.* sur le NR3 (superalliage base nickel issu de la voie métallurgie des poudres comparable à l'U720Li) qui prouvent que les propriétés optimales en traction à 700°C sont obtenues avec une microstructure à gros grains contenant notamment de très fins précipités γ'_{III} [Locq *et al.*, 2014].

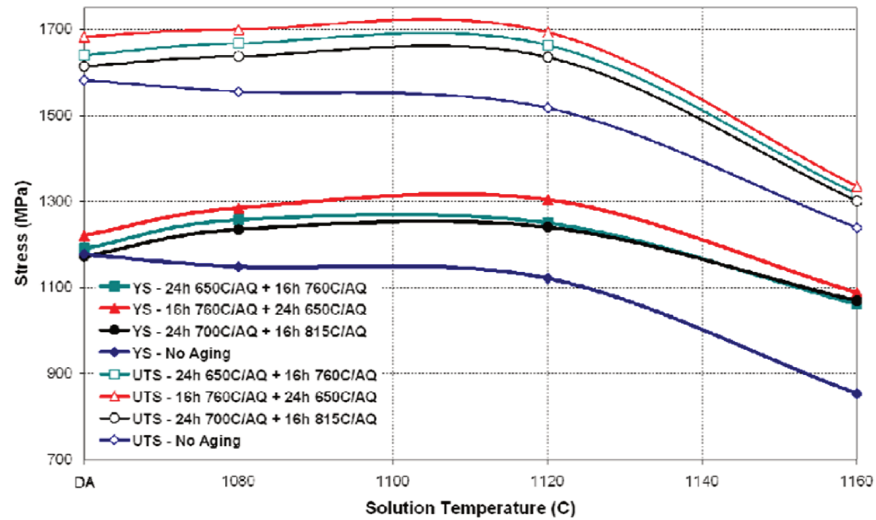


Figure III.13 – Influence des traitements de revenus post mise en solution à 1080°C/4h/trempe huile sur la limite d'élasticité (YS) et la résistance à la traction (UTS) [Vaunois *et al.*, 2010]

D'après Jackson *et al.*, la taille moyenne des précipités γ'_{III} optimale dans l'U720Li serait de 40 nm [Jackson et Reed, 1999]. Cette taille correspond à une transition dans le mode de cisaillement des précipités entre des dislocations parfaites faiblement et fortement couplées (cf Figure III.6). Ce point est à corrélérer à la distance inter-précipités, et donc à la fraction des précipités γ'_{III} . En effet, plus la distance inter-précipités est grande, plus les dislocations sont libres de bouger, entraînant une chute de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction ainsi qu'une augmentation de la ductilité.

De plus, la répartition des précipités γ' intragranulaires dans les grains est également un paramètre à prendre en considération, d'autant que tous les traitements thermiques ne conduisent pas à des microstructures de précipitation homogènes. Suite à un traitement thermique de sur-vieillissement par exemple, une dissolution des précipités γ' intragranulaires le long des joints de grains peut avoir lieu (Figure III.14). Ce processus serait associé dans certains cas à une diffusion du titane des précipités vers des carbures de titane se formant aux joints des grains [Krol *et al.*, 2004].

D'après les travaux de Krol *et al.* sur le Nimonic PE16, ces zones d'appauvrissement constituent des sources de dislocations qui viennent s'empiler à l'interface de la zone d'appauvrissement/précipités, ce qui entraîne un abattement de la limite d'élasticité de près de 25% [Krol *et al.*, 2004].

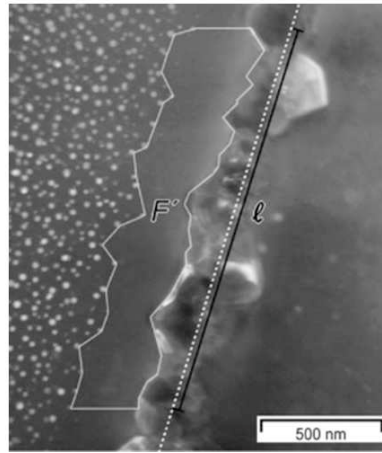


Figure III.14 – Micrographie en transmission (champ sombre) d’une zone d’appauvrissement en précipités γ' notée F' sur la figure le long d’un joint de grain (pointillés blancs) décoré par des carbures de titane [Krol *et al.*, 2004].

En fatigue pure, la microstructure de précipitation intragranulaire est essentiellement influente sur les mécanismes de déformation puisque ces derniers sont associés à la libération des couloirs de matrice. C’est ce qui a été observé dans le N18 par exemple par Flageolet [Flageolet, 2005]. De plus, d’après cette étude le nombre de cycles à rupture n’est que très peu affecté par le sur-vieillessement (i.e la croissance des précipités γ' intragranulaires) et aucune différence en termes d’endommagement n’a été relevée puisque l’amorçage en fatigue s’est systématiquement produit sur une porosité interne. Dans ce cas particulier, la durée de vie en fatigue est pilotée par la propagation de fissures sans assistance de l’oxydation. Cependant il a été reporté pour divers superalliages pour disque de turbine que le sur-vieillessement peut avoir un effet bénéfique sur les effets de fermeture de fissures lorsque l’amorçage a lieu en surface [Carbou, 2000].

En fluage et fatigue-temps de maintien

Précédemment, il a été montré que selon les conditions de sollicitations en fluage, la taille de grains n’est plus le paramètre microstructural qui gouverne les propriétés en fluage, mais la précipitation intragranulaire [Thébaud *et al.*, 2015]. Dans ce cas particulier (i.e à 700°C et [750-850MPa]), la précipitation intragranulaire affecte les mécanismes de déformation ainsi que la durabilité des superalliages. De ce fait, ces répercussions sont également observables en fatigue-fluage via l’introduction d’un temps de maintien à contrainte maximale.

Plusieurs études réalisées sur différents matériaux tels que le René 88DT, le René 95 ou l’U720Li ont montré que les propriétés mécaniques en fluage et fatigue-fluage sont d’autant meilleures que la précipitation intragranulaire est fine [Bhowal *et al.*, 1990] [Billot, 2010] [Helm et Roder, 2000]. En effet, plus les précipités sont fins et nombreux, plus les dislocations sont freinées dans leur mouvement et plus la contrainte d’Orowan est élevée, ce qui favorise le cisaillement des précipités (cf chapitre III.1.1). Par conséquent la vitesse

de déformation diminue, ce qui augmente le temps à rupture et abaisse la ductilité du matériau. De plus, selon l'alliage et les traitements thermiques appliqués (cf Chapitre I.1.3), la précipitation intragranulaire peut être monomodale ou multimodale. Dans ce dernier cas, la population la plus fine va jouer un rôle essentiel dans l'amélioration des propriétés mécaniques [Locq *et al.*, 2014].

De plus, l'impact de la microstructure de précipitation sur les propriétés en fatigue-fluage est complexe dans la mesure où il existe une compétition entre les mécanismes de contournement et de cisaillement des précipités selon la taille des précipités γ'_{III} et des distances inter-précipités. À cela s'ajoute la durée du temps de maintien à contrainte maximale Δt : plus le temps de maintien est long, et plus les mécanismes de déformation se rapprochent logiquement de ceux observés en fluage.

Ce qui vient d'être décrit concerne les mécanismes de déformation rencontrés à cœur de grain. Néanmoins, il convient également de s'intéresser aux mécanismes de déformation dans le voisinage des joints de grains, puisque le glissement intergranulaire en fluage et en fatigue-fluage contribue fortement à la déformation totale des matériaux à ces températures de sollicitation [Soula, 2008].

Par exemple, Billot *et al.* ont testé en fluage à 700°C/800MPa les mêmes matières homogène et hétérogène en termes de taille de grains de l'U720Li que dans l'étude de Villechaise *et al.* (cf Figure III.11). Les comportements et durées de vie en fluage à 700°C/800MPa de ces deux structures sont très différents (Figure III.15).

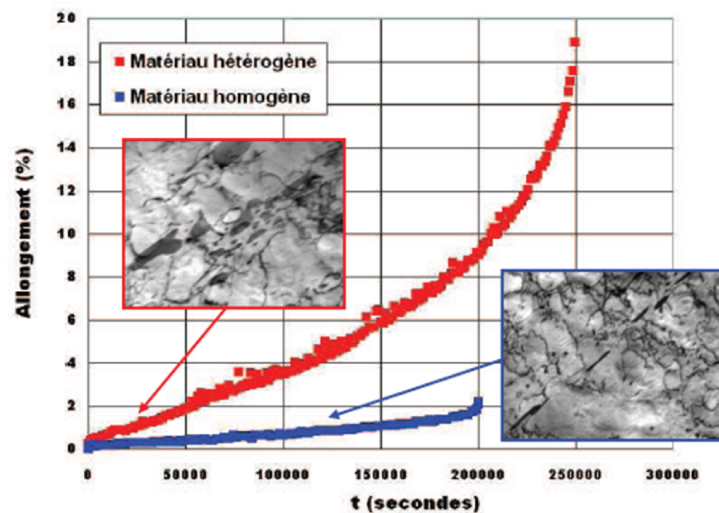


Figure III.15 – Différence de comportement macroscopique en fluage à 700°C/800MPa entre les deux lots matière et mise en évidence des paysages de dislocations obtenus dans chaque cas [Billot, 2010].

Cette différence de comportement est à relier à la taille des précipités γ'_{III} et à la distance inter-précipités qui conditionne la nature des mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations, entre contournement d'Orowan et cisaillement des précipités par de multiples mécanismes (Figure III.16). Toutefois, il s'avère que les paysages de dislocations en fluage

observés (pour une déformation de fluage de $\varepsilon=0,15\%$) aux joints de grains pour chaque structure sont différents : les mécanismes de déformation à cœur et aux joints de grains ne diffèrent pas dans la structure homogène. En revanche, dans la structure hétérogène, seul le contournement des précipités γ'_{III} aux joints de grains est observé alors qu'à cœur le mécanisme prépondérant est le cisaillement de type Condat-Décamps [Condat et Décamps, 1987]. Cette différence de mécanismes est à relier directement aux zones de déplétion en γ'_{II} initialement présentes le long des joints de grains dans la structure hétérogène. Ceci va alors contribuer au glissement intergranulaire [Jun *et al.*, 2012]. La différence en termes de vitesse de déformation est donc directement liée à la taille, la fraction et la répartition des précipités γ'_{III} dans les grains (Figures III.15 et III.16).

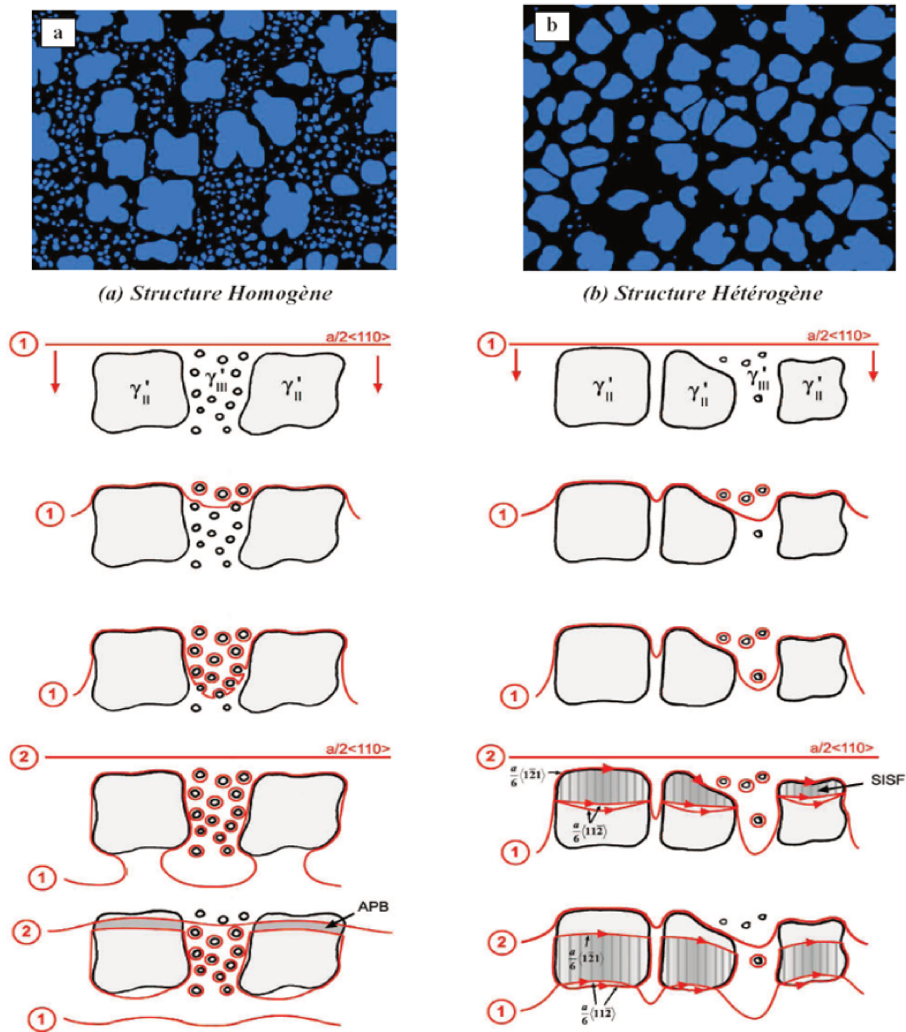


Figure III.16 – Schéma illustrant le passage de deux dislocations successives 1 et 2 au travers d'un élément de microstructure typique pour une sollicitation de type fluage ou fatigue-fluage à fort Δt (a) structure homogène (b) structure hétérogène [Billot, 2010].

En conclusion, les propriétés en traction et en fatigue d'un alliage donné sont gouvernées par la taille des grains au premier ordre, l'impact de la précipitation intragranulaire étant du second ordre.

En revanche, en fonction des conditions de sollicitation, les propriétés en fluage et fatigue-temps de maintien peuvent être gouvernées soit par la taille de grains, soit par la précipitation intragranulaire.

C'est pourquoi, lorsque la précipitation intragranulaire gouverne les propriétés en fluage, le sur-vieillissement conduisant à la croissance des précipités modifie les mécanismes de déformation. C'est ce que soulignent Locq *et al.* dans leur étude sur le NR3 : le cisaillement des précipités et de la matrice est prépondérant dans l'état de référence alors que le contournement par glissement dévié est majoritaire dans l'état vieilli 4h à 850°C [Locq *et al.*, 2000]. Il s'ensuit alors une forte augmentation de la vitesse de déformation dans l'état vieilli en raison de la croissance des précipités γ'_{II} et/ou des précipités γ'_{III} .

III.1.4 Influence de la précipitation de particules TCP sur les propriétés mécaniques

En plus de la croissance des précipités γ' présentée auparavant, le sur-vieillissement métallurgique des superalliages peut également conduire à la précipitation de particules TCP. Ces particules peuvent précipiter aussi bien aux joints de grains qu'à l'intérieur des grains (cf Chapitre II).

L'impact de la microstructure de précipitation sur les propriétés mécaniques est un phénomène connu, détaillé précédemment (cf paragraphe III.1.3 ci-dessus). L'impact seul des phases TCP reste en revanche à éclaircir. À ce jour, plusieurs études ont été réalisées pour tenter de répondre à cette problématique, mais les interprétations sont finalement contradictoires.

Par exemple, Simonetti et Caron ont tenté de dissocier l'impact de la coalescence des précipités γ' de la précipitation de phase μ en testant mécaniquement en traction, fluage et fatigue des monocristaux sur-vieillis d'AM3 et de MC2 [Simonetti et Caron, 1998]. Ces deux superalliages sont sujets à la mise en radeaux (c'est-à-dire à la coalescence orientée) de la phase γ' au cours du sur-vieillissement thermique. Néanmoins la phase μ ne précipite que dans le MC2 et principalement dans les bras primaires de dendrites. D'après cette étude, lorsque la fraction volumique de la phase μ est inférieure à 0.15 %, leur morphologie est alors sous forme d'aiguilles. Ces aiguilles de phase μ , soumises à une sollicitation uniaxiale à température ambiante, se rompent, ce qui prouve leur caractère fragile (Figure III.17). Aucune décohésion aux interfaces μ /matrice n'a été reportée et la ductilité du MC2 n'est pas affectée. En revanche, lorsque la fraction volumique de phase μ excède 1%, cette dernière présente une morphologie globulaire. Une chute de la ductilité est alors observée et ceci peut être attribué à une synergie entre la mise en radeaux de la phase γ' et la précipitation de phase μ . Selon leur étude, la présence de phase μ aurait un impact uniquement sur la durée de vie en fluage et sur la ductilité en traction lorsque la fraction volumique excède 1%.

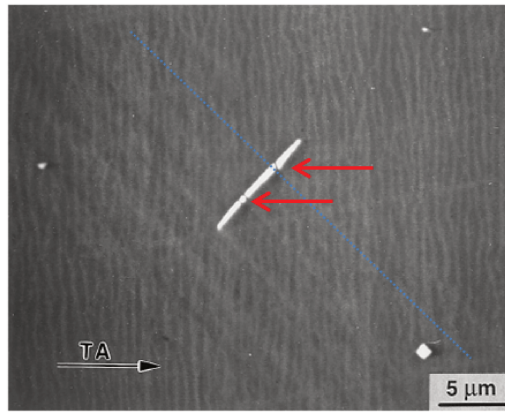


Figure III.17 – Coupe longitudinale d’une éprouvette en MC2 sur-vieillie et déformée à 0,5% en traction à 25°C (TA : Axe de traction). Des fissures sont observées dans l’aiguille de phase μ (pointées par les flèches rouges) à des intersections avec les bandes de déformation (pointillés bleus) [Simonetti et Caron, 1998].

Cette phase pourrait induire un appauvrissement en éléments durcissants de la matrice et pourrait perturber la morphologie des précipités γ' (i.e. la régularité de la mise en radeaux). Ce point serait d’ailleurs cohérent avec l’étude menée sur le même alliage par le Graverend et al [Le Graverend *et al.*, 2011].

Qin *et al.* affirment quant à eux que la présence de phase μ dans le superalliage polycristallin K446 est la cause principale de l’abatement des propriétés mécaniques et que le grossissement des γ' intragranulaires est du second ordre [Qin *et al.*, 2012].

À l’inverse, Yang *et al.* n’ont pas observé de fissure interne aux interfaces des plaquettes ou aiguilles de phase μ , ni de décohésion aux interfaces μ /matrice dans le superalliage K465 à la suite d’essais de traction à l’ambiante et à haute température [Yang *et al.*, 2006]. De plus, malgré une fraction volumique de 1.3%, les particules de phase μ présentent un caractère ductile (Figure III.18), ce qui va à l’encontre de nombreuses publications comme celle de Simonetti et Caron [Simonetti et Caron, 1998].

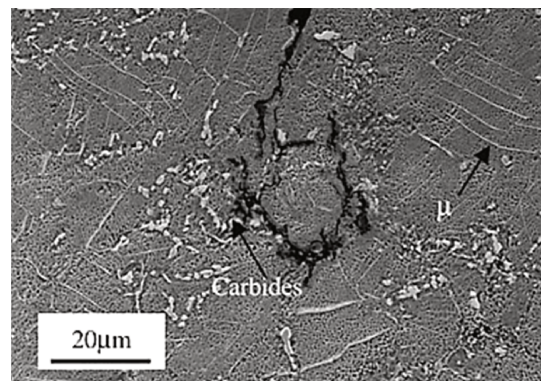


Figure III.18 – Microstructure en coupe longitudinale proche du faciès de rupture d’une éprouvette fluée (950°C/1000h). Mise en évidence de la ductilité de la phase μ (courbure) et des fissures proches des carbures [Yang *et al.*, 2006].

Dans leur étude, les carbures seraient les sites d'amorçage de fissures et non les particules de phase μ . Par conséquent, l'abatement des propriétés mécaniques lié au sur-vieillissement thermique proviendrait de la coalescence des γ' intragranulaires et de la précipitation de carbures. Cela rejoint l'étude de Tawancy qui n'a également constaté aucun impact de la phase μ sur les propriétés en traction dans l'Hastelloy [Tawancy, 1981].

En conclusion, d'après la littérature, le rôle des phases TCP sur l'abatement des propriétés mécaniques n'est toujours pas élucidé de manière indiscutable. Cependant, plusieurs auteurs s'accordent à dire qu'il existerait deux mécanismes d'endommagement liés à la présence des particules TCP. Le premier serait directement associé à leur caractère fragile observé en traction et basses températures, le second à l'adoucissement de la matrice et actif plutôt en fluage et hautes températures. Enfin, aucune étude n'a constatée de manière objective un quelconque impact de ces particules sur les mécanismes de déformation de manière générale.

À la lumière des précédentes études et de l'impact du sur-vieillissement métallurgique sur la microstructure du René 65, il apparaît nécessaire de quantifier séparément le rôle intrinsèque de la croissance des précipités γ'_{II} intragranulaires et des phases TCP sur les propriétés mécaniques du superalliage René 65.

III.2 Influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques du René 65

Afin de dissocier l'influence de la croissance des précipités γ' et de la précipitation de phases TCP au cours du sur-vieillissement métallurgique sur les propriétés mécaniques du René 65, ce paragraphe traitera de l'impact seul de la croissance des précipités γ' au cours du sur-vieillissement thermique avant essai. Afin de ne pas faire précipiter de phases TCP, le grossissement de la précipitation intragranulaire a été obtenu via différents traitements thermiques de mise en solution, plus précisément, via différentes vitesses de refroidissement post mise en solution (cf Chapitre II, paragraphe I.2.2).

L'impact de la taille des précipités sur les propriétés en traction, en fluage et en fatigue-temps de maintien à 700°C sera, dans un premier temps, présenté puis analysé.

N.B : Puisque les sur-vieillissements thermiques appliqués dans cette étude ne conduisent pas à la croissance des grains, l'impact de la taille de grains ne sera donc pas présenté. Néanmoins des essais de fluage et de fatigue-temps de maintien ont été réalisés sur un état traité supersolvus, dans le but de comprendre le rôle des particules TCP sur l'abatement des propriétés mécaniques essentiellement. Ils seront également utilisés dans le paragraphe Discussion de ce chapitre.

Les résultats de ces essais sont reportés en Annexe B.

III.2.1 Traction monotone

Afin de préciser les caractéristiques mécaniques du René 65 à 700°C telles que la limite d'élasticité définie à 0,2% de déformation plastique ($\sigma_{0,2\%}$), la résistance à la traction (σ_{max}) et l'allongement à rupture (A%), des essais de traction ont été réalisés sur la matière de référence. La matière vieillie 500h à 800°C a été testée de la même manière afin d'évaluer l'impact de ce sur-vieillissement métallurgique sur ces mêmes propriétés.

Deux vitesses de déformation (10^{-4} s^{-1} et 5.10^{-3} s^{-1}) ont été appliquées sur chaque état de la matière. La plus élevée permet de reproduire le chargement appliqué au cours des essais de fatigue-temps de maintien durant lesquels la montée à contrainte maximale est effectuée en une seconde.

La déformation de chaque éprouvette a été mesurée à chaud via un extensomètre muni de couteaux en céramique SiC.

Afin de prendre en compte l'évolution de la section utile des éprouvettes au cours des essais, les courbes de traction sont représentées en contrainte et déformation vraies (Figure III.19), définies comme suit :

$$\sigma_{vraie} = \sigma_{conventionnelle} \cdot (1 + \varepsilon_{conventionnelle}) \quad \text{et} \quad \varepsilon_{vraie} = \ln(1 + \varepsilon_{conventionnelle})$$

Avec

$$\varepsilon_{conventionnelle} = \frac{\text{allongement}}{L_{utile}} \quad \text{et} \quad \sigma_{conventionnelle} = \frac{\text{force}}{S_{initiale}}$$

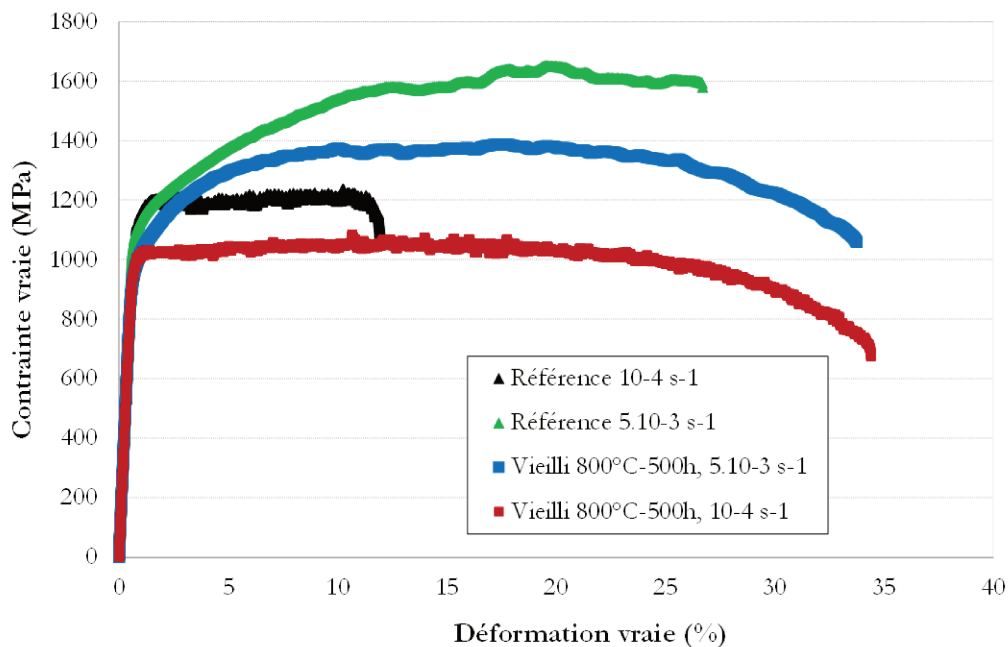


Figure III.19 – Courbes de traction monotone à 700°C de l'état de référence et sur-vieilli 500h/800°C.

Les grandeurs caractéristiques issues de ces courbes sont listées dans le tableau III.1 :

État de la matière	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	$\sigma_{0,2\%}$ (MPa)	σ_{max} (MPa)	A%	E (GPa)
Référence	10 ⁻⁴	1125	1193	11,8	222
Référence	5.10 ⁻³	1118	1400	25,4	254
Vieilli 500h/800°C	10 ⁻⁴	995	1019	32,2	234
Vieilli 500h/800°C	5.10 ⁻³	989	1251	32,6	229

Tableau III.1 – Caractéristiques du René 65 en traction monotone à 700°C

Ces courbes montrent clairement que le comportement des états de référence et vieilli diffère significativement. Alors que l'état de référence présente un écrouissage progressif assez important, l'état vieilli se caractérise par un comportement quasi élasto plastique parfait. Plus précisément, le matériau sur-vieilli 500h à 800°C, conduisant à l'augmentation de la taille des précipités γ'_{II} et à la précipitation de phases TCP, présente une limite d'élasticité et une contrainte maximale plus basses que le matériau de référence (de 130 MPa et 162 MPa respectivement), mais un allongement à rupture plus élevé de 14 %. Une augmentation de la limite d'élasticité et de la contrainte à rupture avec la vitesse de déformation est constatée. Cet effet classique est analogue pour les deux états métallurgiques.

Un allongement à rupture plus élevé pour l'état vieilli est constaté par rapport à l'état de référence et ceci pour les deux vitesses de déformation. Cette augmentation de la ductilité à chaud était à priori inattendue compte-tenu du caractère annoncé comme fragilisant de la précipitation de phases TCP aux joints de grains. Ce résultat remarquable sera reconsidéré au Chapitre IV. Il est toutefois possible d'associer cet effet aux microstructures intragranulaires différentes entre les deux états métallurgiques. En effet, l'état de référence contient de fins précipités γ'_{II} ainsi que des précipités γ'_{III} , contrairement à l'état vieilli qui ne contient que de gros précipités γ'_{II} . D'après des études menées sur l'U720Li et le René 88DT par exemple, il a été montré que les mécanismes de déformation en traction sont très sensibles à la taille des précipités γ' intragranulaires, et notamment à la présence de précipités γ'_{III} [Jackson et Reed, 1999] [Vaunois *et al.*, 2010] [Mao *et al.*, 2002].

En revanche, le rôle des phases TCP sur l'abatement des propriétés en traction reste à définir puisqu'il n'est pas possible de dissocier leur rôle de celui des précipités γ' avec les essais actuels. Dans la littérature, il est néanmoins possible de trouver quelques articles à ce sujet. À titre d'exemple, Helm *et al.* ont montré un abatement de 5% et de 10% sur la limite d'élasticité et sur la résistance à la traction respectivement après un sur-vieillissement de l'U720 conduisant à la précipitation de phase σ [Helm et Roder, 2000]. D'après leur étude, seule la phase σ serait responsable de cet abatement car elle conduirait à une forte déplétion en éléments durcissants de la matrice, provoquant son adoucissement. Il se peut donc que l'abatement de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction ainsi que l'augmentation de la ductilité du René 65 sur-vieilli résultent d'une synergie entre des mécanismes de déformation liés à l'augmentation en taille des précipités γ'_{II} et à la présence

de particules TCP.

Enfin, il est intéressant de noter que l'allongement à rupture de l'état de référence diminue lorsque la vitesse de déformation diminue, contrairement à l'état vieilli pour lequel aucune variation n'est à constater. L'observation des faciès de rupture de l'état de référence montre que pour la plus grande vitesse de déformation la propagation de fissures est majoritairement transgranulaire (Figure III.20). En effet, l'éprouvette sollicitée à une vitesse de déformation de $5,0 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ présente de nombreuses zones d'amorçage en surface à partir desquelles la propagation de fissures semble être mixte du fait de la présence de quelques cupules (Figure III.20.b2). Le faciès de rupture semble être intragranulaire. En revanche, l'éprouvette déformée à une vitesse de 10^{-4}s^{-1} présente deux zones d'amorçage en surface à partir desquelles la propagation de fissures est intergranulaire (les traces des précipités γ'_I étant clairement distinguables sur le cliché III.20.a2 pris proche d'une zone d'amorçage). Même s'il est délicat de conclure à des différences nettes de processus d'endommagement à partir de ces deux seules éprouvettes, le fait d'identifier un mécanisme de propagation intergranulaire à faible vitesse pourrait être lié à une plus grande sensibilité aux interactions déformation/oxydation de l'état vieilli par rapport à l'état de référence.

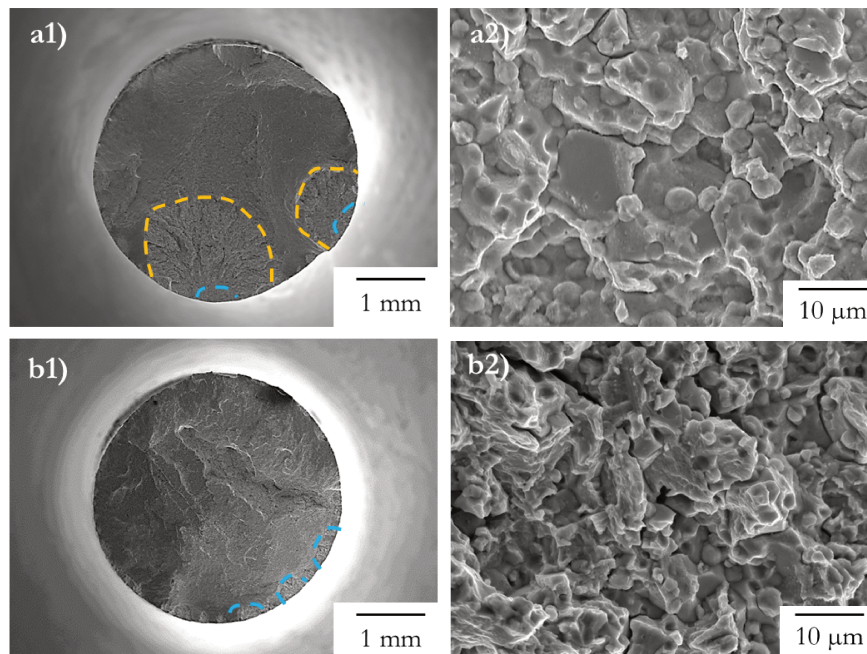


Figure III.20 – Faciès de rupture des éprouvettes de référence sollicitées en traction aux vitesses de déformation de (a1,a2) 10^{-4}s^{-1} et de (b1,b2) $5,0 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$. Les pointillés orange délimitent les zones de propagation de fissures et les pointillés bleus les zones d'amorçage.

En conclusion, à iso-taille de grains, la matière de référence présente de meilleures propriétés en traction (limite d'élasticité et contrainte à rupture) que l'état vieilli principalement grâce aux très fins précipités γ'_{III} . L'allongement à rupture est par contre augmenté pour l'état vieilli.

III.2.2 Impact de la croissance des précipités γ' sur les propriétés en fluage à 700°C

III.2.2.a Comportement et durabilité en fluage dans l'état de référence

Avant d'étudier l'impact du sur-vieillissement métallurgique sur les propriétés en fluage du René 65, il convient de caractériser le comportement en fluage à 700°C dans l'état de référence. Ainsi des essais ont été réalisés sous air sur la matière de référence à 700°C et sous différentes contraintes. Les courbes obtenues pour chaque condition d'essai sont présentées Figure III.21.

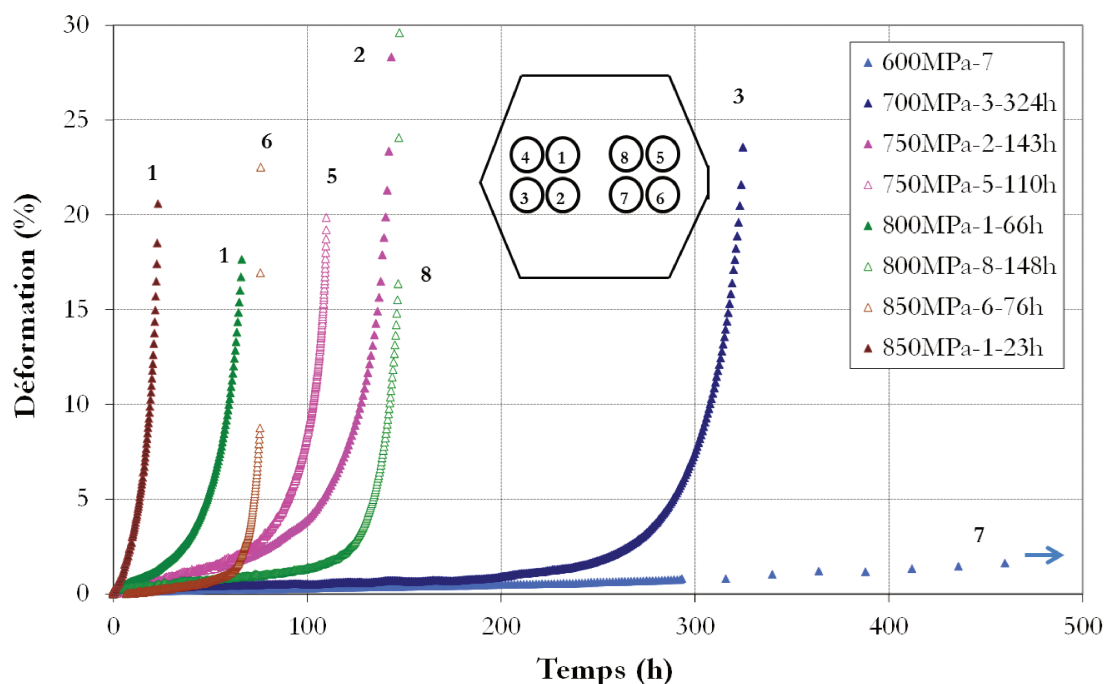


Figure III.21 – Essais de fluage à 700°C sous différentes contraintes et selon les zones de prélèvement dans la couronne de référence (triangle plein : zone intérieure de la couronne, triangle creux : zone extérieure).

Puisque la microstructure de précipitation diffère légèrement entre les zones intérieures et extérieures de la couronne de référence (cf paragraphe I.1.4.c), la plupart des essais à 700°C ont été doublés afin d'anticiper un impact de la zone de prélèvement sur la réponse mécanique du matériau. L'essai réalisé à 600 MPa a été interrompu en raison de la durée de l'essai. La Figure III.22 représente l'évolution de la vitesse de fluage en échelle logarithmique en fonction de la déformation. Cette représentation permet de mieux mettre en évidence les différents stades de fluage au cours des essais.

D'après la figure III.21, plus la contrainte appliquée augmente, plus le temps à rupture diminue. De plus, la zone de prélèvement des éprouvettes dans la couronne de référence semble affecter à la fois le temps à rupture, la vitesse de fluage minimale ainsi que le fluage secondaire (Figures III.21 et III.22). En effet, les éprouvettes issues de la zone intérieure

de la couronne présentent un très court fluage secondaire contrairement aux éprouvettes issues de la partie extérieure qui n'en présentent pas. Par conséquent, la microstructure de précipitation intragranulaire impacte le comportement en fluage à 700°C. Ceci sera abordé en détails dans le paragraphe suivant.

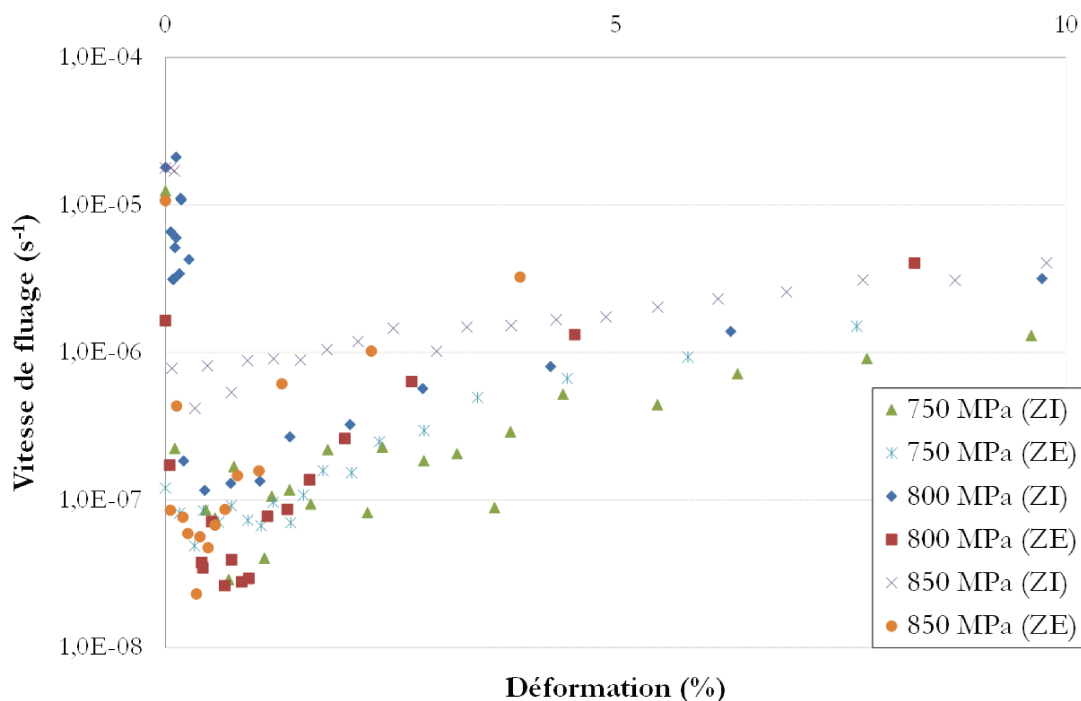


Figure III.22 – Vitesses de fluage en fonction de la déformation pour différentes contraintes appliquées et zones de prélèvement dans le couronne de référence (ZE : zone extérieure, ZI : zone intérieure de la couronne).

Les propriétés en fluage extraites de ces courbes sont regroupées dans le tableau III.2.

Prélèvement N°	σ (MPa)	Temps à rupture (h)	A%	Vitesse min $\dot{\epsilon}_{min}$ (s^{-1})
7	600	-	-	$5,5 \cdot 10^{-9}$
3	700	324	24	$6,4 \cdot 10^{-9}$
2	750	143	28	$2,4 \cdot 10^{-8}$
5	750	110	20	$8,0 \cdot 10^{-8}$
1	800	66	18	$1,1 \cdot 10^{-7}$
8	800	148	30	$2,7 \cdot 10^{-8}$
1	850	23	21	$6,5 \cdot 10^{-7}$
6	850	76	23	$3,9 \cdot 10^{-8}$

Tableau III.2 – Caractéristiques en fluage du René 65 à 700°C en fonction de la contrainte et de la zone de prélèvement dans la couronne de référence (A% : déformation à rupture).

Il est possible d'identifier une loi de comportement macroscopique à partir de ces données, plus précisément à partir des contraintes appliquées et des vitesses de déformation minimales.

En effet, la loi de Norton permet de décrire le comportement en fluage quasi-stationnaire à haute température en reliant la vitesse de déformation minimale à la contrainte :

$$\dot{\epsilon}_{min} = A.\sigma^n \quad (\text{III.6})$$

Avec A une constante et n le coefficient de Norton, tous deux dépendants de la température.

D'après cette loi, la valeur n du coefficient de Norton donne une information sur le type de mécanisme contrôlant le fluage. En effet, d'après l'étude réalisée sur l'U720Li par Dubiez-LeGoff, la valeur du coefficient de Norton n change en fonction de la température et de la contrainte de sollicitation : plus n est élevé (proche de 10) plus le mécanisme de déformation observé en microscopie électronique en transmission correspond à du contournement de précipités [Dubiez-Le Goff, 2003]. À l'inverse, plus n est faible, plus le cisaillement par des paires de dislocations parfaites est prépondérant. Ainsi, le diagramme de Norton permet de relier des domaines de comportement macroscopique au mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations.

Dans le René 65 et à 700°C, le coefficient de Norton obtenu est d'environ 10,3 (Figure III.23), ce qui signifie que le mécanisme de déformation correspond majoritairement à du fluage dislocations et qu'à cette température et à ces niveaux de contraintes, le contournement des précipités pourrait être prépondérant.

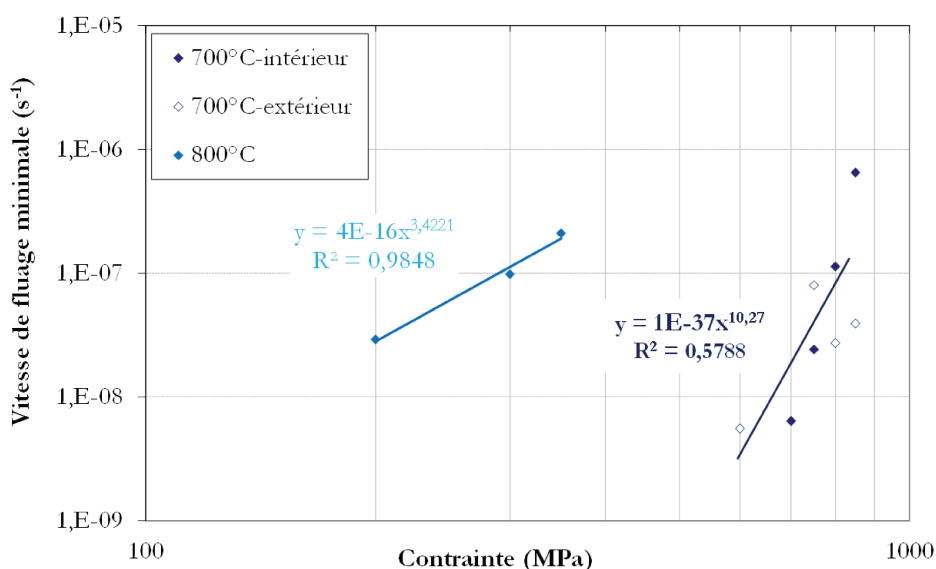


Figure III.23 – Diagramme de Norton du René 65 à 700°C et 800°C.

D'autre part, trois essais ont été réalisés sur la matière de référence à 800°C pour des contraintes allant de 200 MPa à 350 MPa (Figure III.23). Le coefficient de Norton obtenu est alors de 3,4, ce qui est plus faible qu'à 700°C. Cette valeur suggère que la déformation est majoritairement gouvernée par diffusion intergranulaire, la part du fluage dislocation

étant relativement faible. Néanmoins, le coefficient de corrélation de la loi de Norton calculé à partir des données établies à 700°C n'est que de 0,579 du fait de la dispersion des mesures. Par conséquent, il se peut qu'il y ait plusieurs valeurs de pentes n en fonction de la contrainte appliquée à 700°C, à l'image des études réalisées sur l'U720Li ou l'AD730TM traités *subsolvus* [Dubiez-Le Goff, 2003] [Thébaud *et al.*, 2015]. En effet, d'après la figure III.24, l'U720Li traité *subsolvus* (HS) présente différents mécanismes de déformation entre 400-500 MPa ($n=2$), entre 600-700 MPa ($n=9$) et entre 800-850 MPa ($n=23$) et ceci pour une même température d'essai de 700°C.

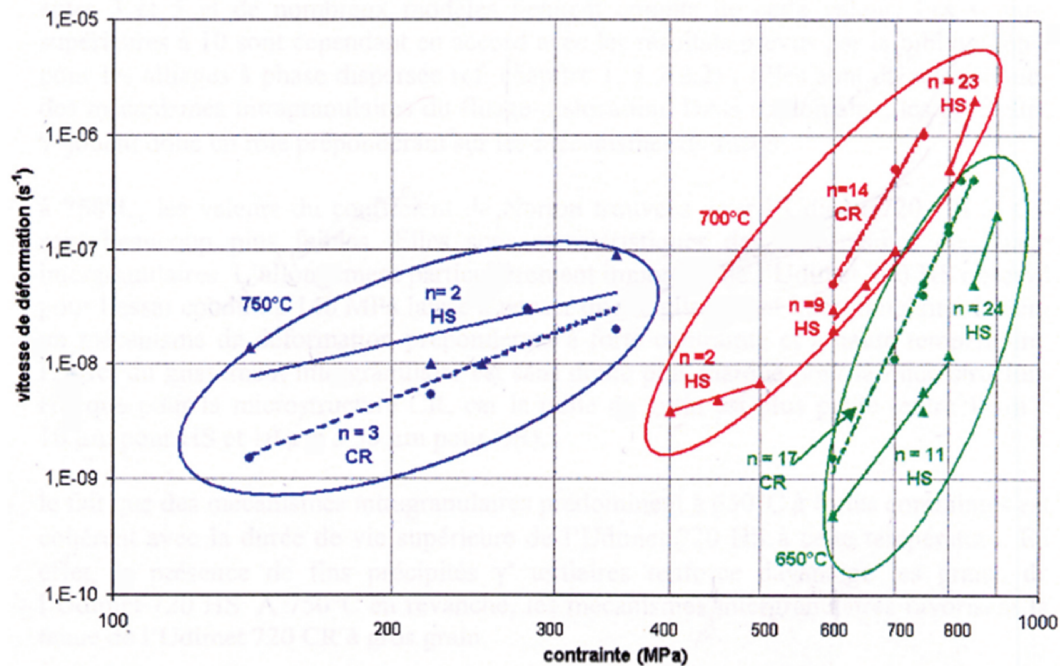


Figure III.24 – Diagramme de Norton de l'Udimet 720Li en fonction de la taille des grains : HS = High Strength (grains fins) et CR = Creep Resistant (gros grains) [Dubiez-Le Goff, 2003].

Ce diagramme de Norton établi à partir des données obtenues à 700°C mériterait d'être complété par des analyses des mécanismes de déformation par microscopie électronique en transmission. Il renseigne néanmoins sur un probable recouvrement de mécanismes de déformation à la contrainte de 800 MPa, qui sera la contrainte principale appliquée en fluage dans la suite de cette étude.

III.2.2.b Impact de la taille des précipités γ' et des distances inter-précipités

Trois éprouvettes à microstructures "académiques" ayant subi des traitements thermiques non conformes aux pratiques industrielles, ont été produites dans le but d'obtenir différentes tailles de précipités intragranulaires. Ainsi, elles ont toutes subi une mise en solution *subsolvus* de 1080°C pendant 4 heures, suivie d'un refroidissement à des vitesses de 10°C/min, 257°C/min (trempe à l'air) et 7123°C/min (trempe à l'huile) respectivement.

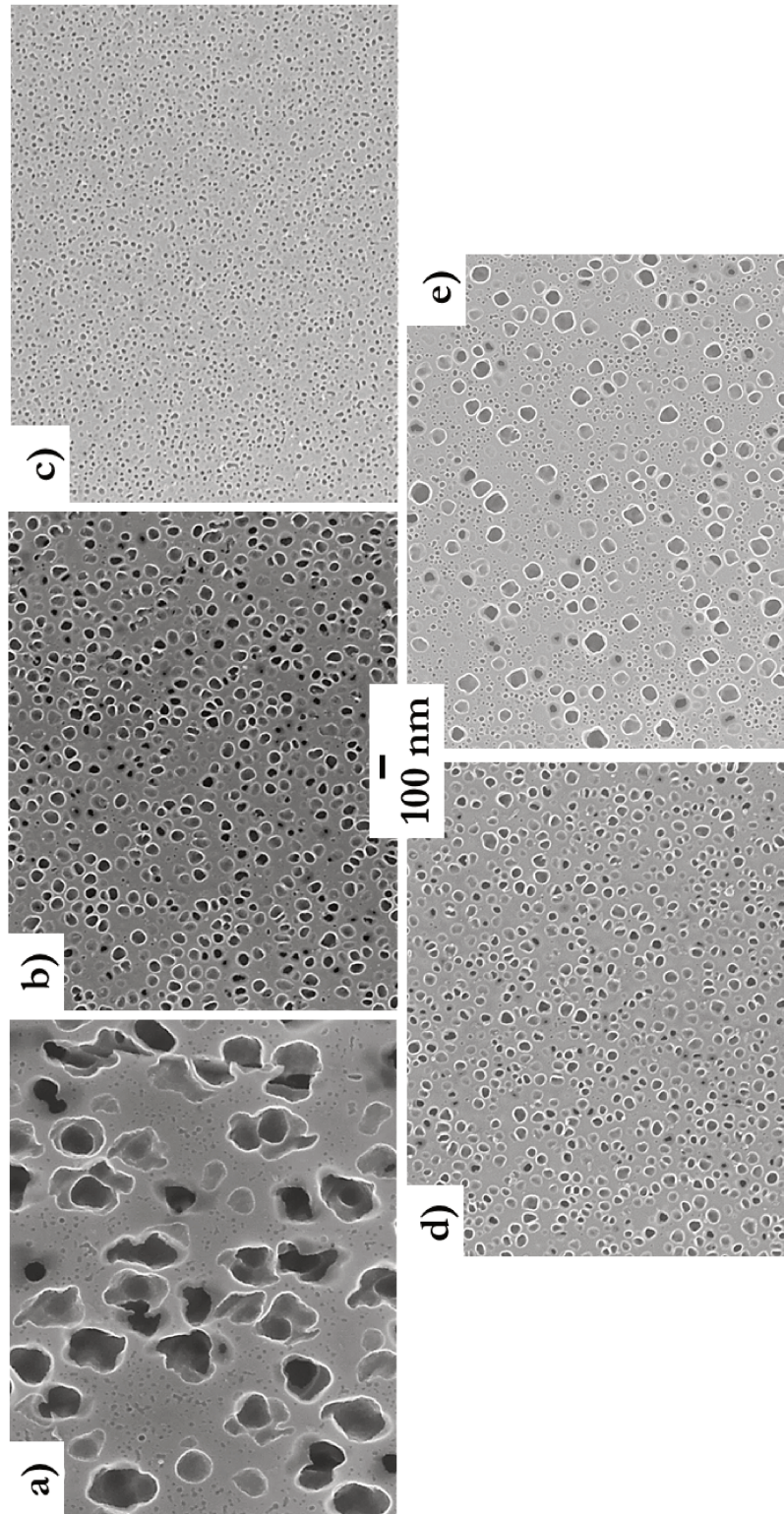


Figure III.25 – Observations au MEB-FEG de la microstructure de précipitation des éprouvettes à microstructures académiques traitées *subsolvus* puis refroidies (a) 10°C/min (b) 357°C/min (c) 7123°C/min et des éprouvettes issues de la couronne de référence dans les zones (d) intérieure et (e) extérieure

Les microstructures de précipitation intragranulaires de ces trois éprouvettes sont présentées Figure III.25. Les vitesses de refroidissement inférieures à 7123°C/min étudiées ici conduisent à la fois à la précipitation de particules γ'_{II} et de fins γ'_{III} . Ce résultat n'est pas surprenant dans la mesure où les germinations multiples de précipités intragranulaires sont d'autant favorisées que la vitesse de refroidissement post mise en solution est relativement faible (cf Chapitre I.1.3.b).

Ces éprouvettes spécifiques ont ensuite été testées en fluage à 700°C/800MPa en parallèle de deux éprouvettes témoins des zones intérieure et extérieure de la couronne de référence. Pour rappel, les vitesses de refroidissement de ces deux zones de prélèvement sont de 121°C/min (zone extérieure) et de 390°C/min (zone intérieure) et conduisent à des précipitations intragranulaires bimodales. Ces dernières sont rappelées Figure III.25.

Les courbes de fluage à 700°C/800 MPa de ces différentes éprouvettes sont présentées Figure III.26. Les données caractéristiques issues de ces essais sont résumées dans le tableau III.3.

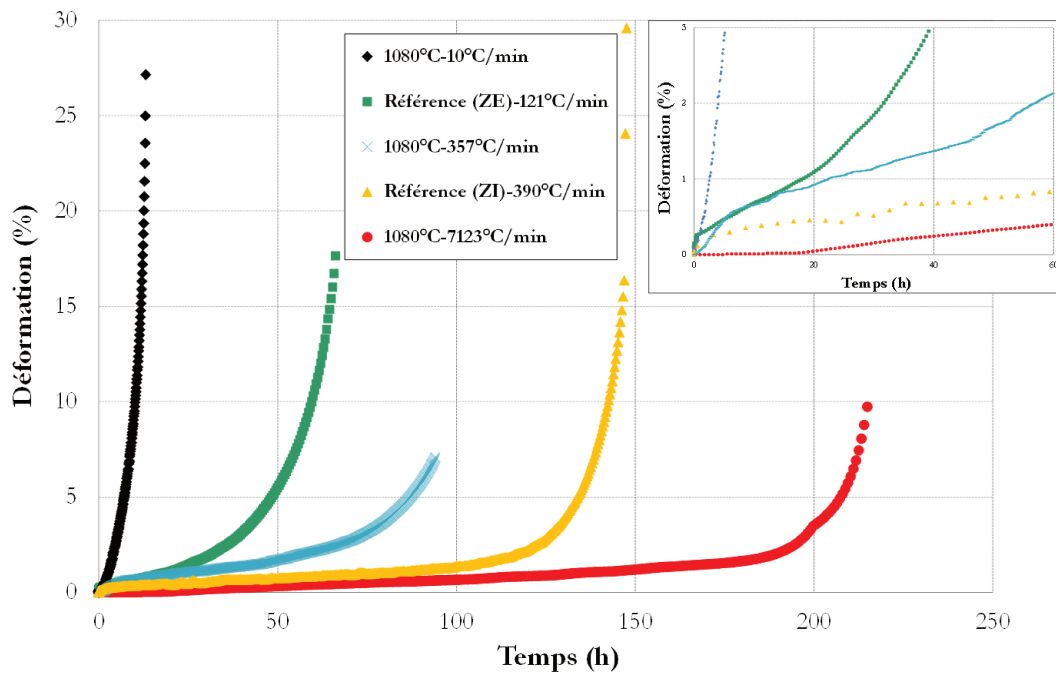


Figure III.26 – Courbes de fluage à 700°C/800 MPa des éprouvettes à microstructures académiques traitées *subsolvus* ainsi que des éprouvettes témoins de la couronne de référence.

\dot{T}_c (°C/min)	$t_{rupture}$ (h)	A%	$\dot{\epsilon}_{min}$
10	13	27,2	$4,3 \cdot 10^{-7}$
121*	66	17,7	$1,1 \cdot 10^{-7}$
390*	148	30	$2,7 \cdot 10^{-8}$
357	94	7,1	$2,8 \cdot 10^{-8}$
7123	215	9,7	$1,4 \cdot 10^{-8}$

Tableau III.3 – Données relatives aux essais de fluage sous air des éprouvettes traitées *subsolvus* et de référence (*) à 700°C/800 MPa

L'analyse de ces courbes montre que plus la vitesse de refroidissement est élevée, meilleures sont les propriétés en fluage (i.e vitesse de déformation plus faible et plus grande durée de vie). Hormis pour l'éprouvette issue de la zone extérieure de la couronne de référence, l'allongement à rupture décroît avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement. Ces résultats corroborent ceux de Bhowal *et al.* sur du René 95 testé à 650°C [Bhowal *et al.*, 1990].

L'analyse stéréologique des différentes microstructures de précipitation (Tableau III.4) montre que le comportement mécanique en fluage à 700°C/800MPa suit également une évolution continue en fonction de la taille et de la fraction des précipités intragranulaires γ'_{II} et γ'_{III} (autrement dit de la distance interprécipités). En effet, plus la fraction de précipités γ'_{III} est grande, plus la durée de vie augmente et plus la vitesse de déformation diminue. L'allongement à rupture est quant à lui d'autant plus élevé que les précipités γ'_{III} sont fins et nombreux. Ces éléments sont cohérents avec le fait que l'allongement à rupture est plus élevé dans les microstructures multimodales comparativement aux structures monomodales [Collins et Stone, 2014].

Ainsi, plus la vitesse de refroidissement post mise en solution est élevée, plus la population des précipités intragranulaires tend à être monomodale avec de petits précipités γ'_{II} . Cela implique alors que la distance interprécipités diminue, contribuant à l'augmentation de la contrainte d'Orowan nécessaire à leur contournement. L'équation utilisée ici pour évaluer cette contrainte est donnée ci-dessous :

$$\sigma = \frac{\alpha G b}{L} \quad (III.7)$$

Avec $\alpha=0,5$

$b = 0,254 \text{ nm}$

$G = E/(2(1+\nu))$

$E = 234 \text{ GPa}$ (valeur moyenne des modules d'Young mesurés expérimentalement)

$\nu = 0,34$

L distance inter-précipités

Par conséquent, plus la taille des précipités γ'_{II} et la largeur des couloirs de matrice entre précipités intragranulaires (L_{moy}) sont faibles, plus les dislocations sont bloquées dans leur mouvement, favorisant le cisaillement des précipités au détriment du contournement d'après la littérature (cf paragraphe III.1.1.d).

L'impact de la précipitation intragranulaire sur les mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations est d'autant plus flagrant que la vitesse de déformation est affectée par la précipitation intragranulaire. Une manière de mettre en évidence cet effet est de tracer la vitesse de déformation en fonction de la déformation (Figure III.27).

\dot{T}_c (°C/min)	$\Phi_{\gamma'_{II}}$ (nm)	$\Phi_{\gamma'_{III}}$ (nm)	L_{moy} (nm)	σ_{Orowan} (MPa)
10	173,8	22,6	56,9	195
121*	34,2	13,1	31,8	349
390*	53,8	14,2	25,2	440
357	43,1	12,1	40	277
7123	21,3	-	25,4	437

Tableau III.4 – Analyse stéréologique des différentes éprouvettes (*matière de référence) et contrainte d'Orowan calculée.

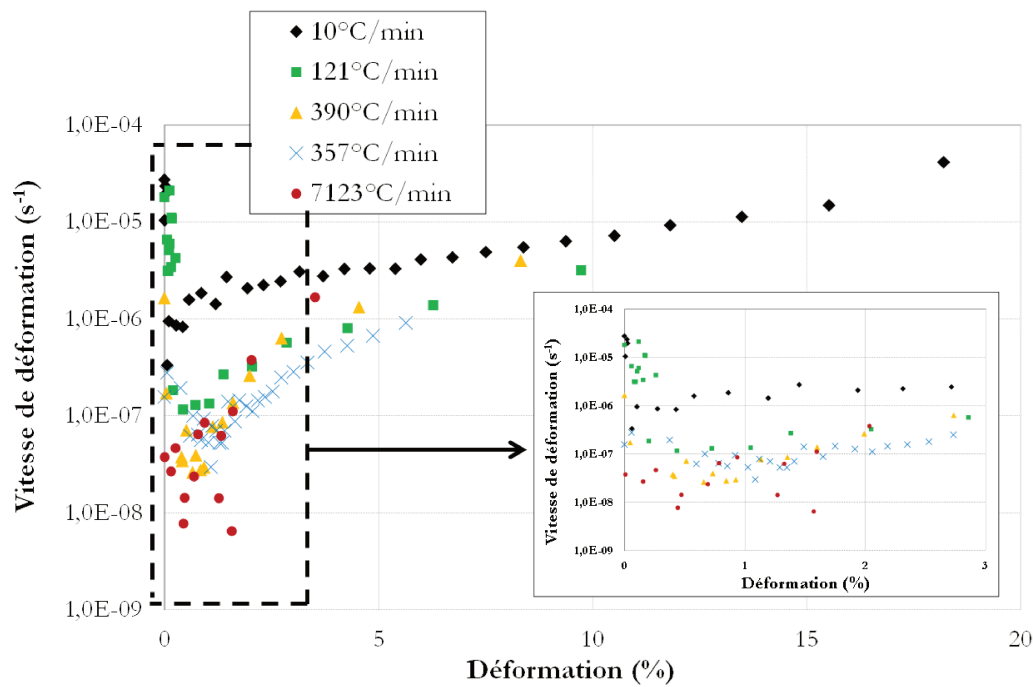


Figure III.27 – Impact de la précipitation intragranulaire sur la vitesse de déformation en fluage à 700°C/800MPa

Ainsi, plus la vitesse de refroidissement post mise en solution est faible, plus la vitesse de déformation est élevée. Les comportements extrêmes correspondent à l'éprouvette refroidie 10°C/min qui ne présente pas de stade secondaire, et à l'éprouvette trempée à l'huile qui présente une période d'incubation de 15 à 20 heures durant laquelle la vitesse de déformation est presque nulle (Figure III.26). Cette période d'incubation est typique d'une microstructure de précipitation extrêmement fine et monomodale. En effet, la taille des précipités γ'_{II} dans cette éprouvette est d'environ 21 nm (Tableau III.4), et le matériau commence à fluer lorsque la croissance des précipités γ'_{II} pendant l'essai devient suffisante pour permettre le mouvement des dislocations. La notion de croissance des précipités γ' pendant les essais, autrement dit sous chargement mécanique, sera abordée dans le chapitre suivant.

Afin de savoir si la précipitation intragranulaire joue un rôle sur l'endommagement du matériau, l'allongement en fonction du temps normé par le temps à rupture t_R a été

tracé (Figure III.28). Cette représentation permet de mettre en évidence les différents stades de fluage. Le moment à partir duquel la courbe diverge de la droite correspondant au stade secondaire marque le début du stade tertiaire, ce dernier pouvant être associé à l'apparition des premiers stades d'endommagement. D'après la figure III.28, l'apparition du stade tertiaire est d'autant plus précoce que la taille des précipités ainsi que la distance inter-particules sont grandes.

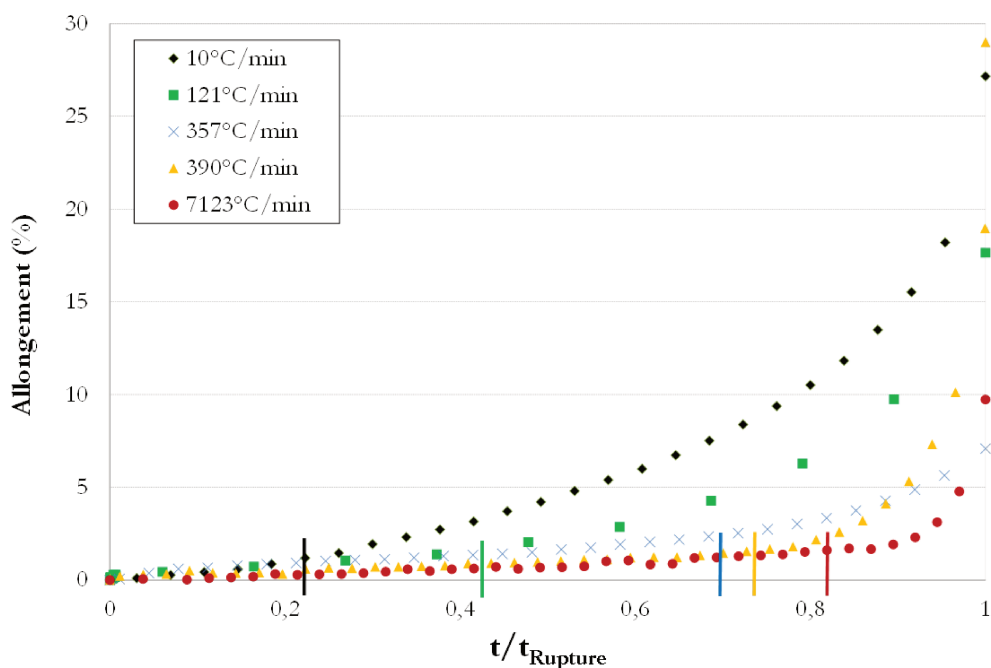


Figure III.28 – Courbes de fluage à 700°C/800 MPa normalisées par le temps à rupture. Impact de la vitesse de refroidissement post MS sur les premiers stades d'endommagement.

De plus, les faciès de rupture des différentes éprouvettes ont été observés par microscopie électronique à balayage. Les figures III.29.a1 III.29.b1 et III.29.c1 regroupent les images des faciès de rupture des éprouvettes académiques refroidies respectivement à 10°C/min et trempée air ainsi que celle de l'état de référence (prélevée dans la partie extérieure de la couronne). Les figures III.29.a2, III.29.b2 et III.29.c2 représentent les zones de propagation proches des zones d'amorçage.

L'analyse des faciès des éprouvettes à microstructures académiques refroidies 10°C/min et 357°C/min (trempe air) montre que les zones relatives aux premiers stades de propagation de fissures sont différentes en fonction de la microstructure de précipitation intragranulaire. En effet, l'éprouvette refroidie 10°C/min présente de nombreuses cupules caractéristiques d'une propagation de fissures transgranulaire, alors que l'éprouvette refroidie à l'air présente des facettes et des traces des précipités γ'_1 caractéristiques d'une propagation de fissures intergranulaire. Par conséquent, plus la microstructure de précipitation est fine (i.e plus la vitesse de refroidissement post MS est élevée), plus la zone de propagation de fissures en fluage devient majoritairement intergranulaire.

Ces résultats suggèrent que plus la microstructure de précipitation est fine et quasi mono-modale, plus la limite d'élasticité locale dans chaque grain augmente, ce qui rend difficile

la plasticité intragranulaire et favorise alors le glissement intergranulaire.

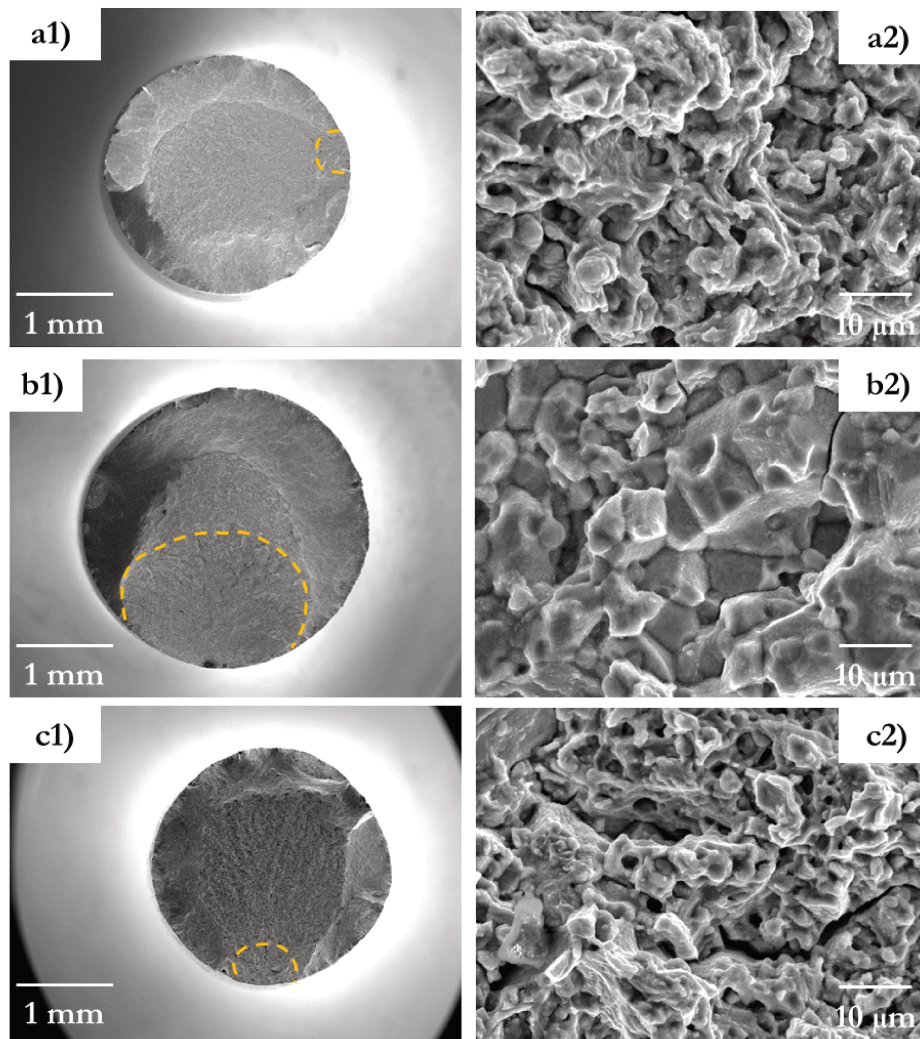


Figure III.29 – Faciès de rupture en fluage à 700°C (800 MPa) des éprouvettes traitées 1080°C/4h/10°Cmin⁻¹ (a1), 1080°C/4h/357°Cmin⁻¹ (b1) et dans la zone extérieure la couronne de référence (c1). Les images a2, b2 et c2 représentent respectivement les zones relatives aux premiers stades de propagation de fissures.

Cette conclusion est alors contradictoire vis-à-vis de différentes études réalisées dans d'autres superalliages, qui ont montré notamment que les zones dénuées de précipités au niveau des joints de grains favorisent le glissement intergranulaire [Krol *et al.*, 2004] [Billot, 2010]. En effet, les joints de grains dénués de précipités sont des sources de dislocations et les mécanismes de franchissement des précipités peuvent alors différer de ceux à cœur de grains.

Or, dans notre étude, l'éprouvette de référence issue de la zone extérieure de la couronne présente des zones dénuées de précipités le long des joints de grains et autour des précipités γ'_1 . Par conséquent il est étonnant qu'elle ne présente pas, de prime abord, d'endommagement au niveau des joints de grains et de premiers stades de propagation intergranulaire.

III.2.3 Impact de la croissance des précipités γ' sur les propriétés en fatigue-temps de maintien à 700°C

III.2.3.a Impact du temps de maintien Δt

Avant d'étudier l'impact de la précipitation intragranulaire sur les propriétés en fatigue-temps de maintien à 700°C, il convient d'étudier dans un premier temps l'influence du temps de maintien à contrainte maximale Δt .

Ainsi, des échantillons prélevés dans différentes zones d'une couronne de référence ont été testés à 700°C/850MPa ($R=0,05$) avec différents temps de maintien à contrainte maximale, s'échelonnant entre 1s et 3600s. Les étapes de montée en charge et la décharge s'effectuent chacune en 1s. La microstructure de précipitation ne différant que légèrement d'une zone de précipitation à une autre, des éprouvettes issues des deux zones de la couronne de référence ont été aléatoirement testées. Chaque condition de temps de maintien n'a donc pas été doublée. L'acquisition de l'essai avec un temps de maintien de 3s a été interrompue entre 85 et 95 heures d'essai environ, à cause d'un problème technique.

Afin de comparer les courbes de fatigue-fluage à celle de fluage à 700°C/850 MPa, l'allongement des éprouvettes est tracé en fonction du temps cumulé à contrainte maximale (Figure III.30). En effet, il a été précédemment observé que la déformation inélastique induite par le cyclage (partie fatigue) est négligeable comparée à celle induite lors du temps de maintien [Flageolet, 2005] [Zrnik *et al.*, 2001].

Un essai de fatigue à 700°C/850 MPa a également été réalisé afin d'avoir un point de référence pour ces conditions de sollicitation. Cet essai a été réalisé à une fréquence de 0,5 Hz avec un cycle triangulaire.

La tendance qui apparaît de l'analyse de la figure III.30 est que, plus le temps de maintien augmente, plus le nombre de cycles à rupture (ou la durée de vie) diminue et plus l'allongement à rupture augmente. Le temps de maintien de 10s apparaît comme une condition intermédiaire d'endommagement entre la fatigue et le fluage. En effet, à des temps de maintien inférieurs à 10 secondes, les courbes de fatigue-fluage ressemblent à celles associées à de la fatigue pure, dans la mesure où la vitesse de déformation et l'allongement à rupture sont faibles et la fin des essais correspond à une augmentation rapide de la vitesse de déformation apparente, correspondant au développement d'au moins une fissure principale. À l'inverse, pour des temps de maintien supérieurs à 10 secondes, les courbes de fatigue-fluage ressemblent à celles de fluage pur en termes d'allongement à rupture et de vitesse de déformation plus élevée.

Ainsi, à iso taille de grains, le temps de maintien en charge à 700°C impacte considérablement le comportement et la durée de vie en fatigue-fluage. Augmenter le temps de maintien de 1 seconde à 300 secondes conduit à un abattement du nombre de cycles à rupture d'environ 3 décades.

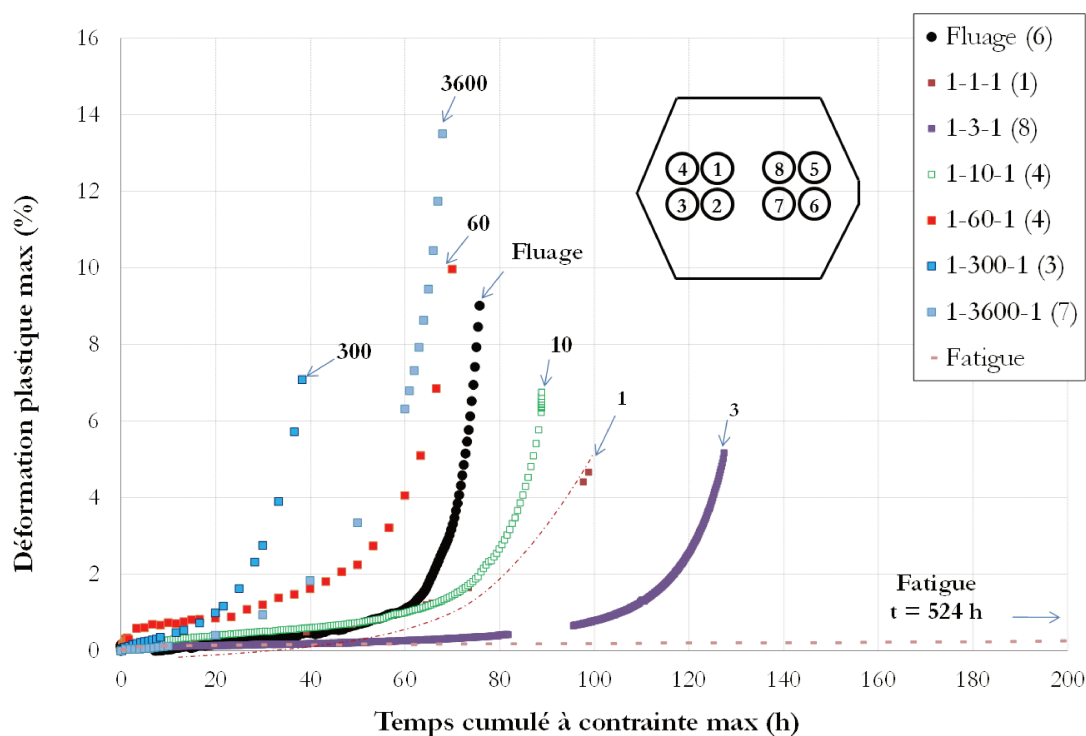


Figure III.30 – Courbes de fatigue-fluage de la matière de référence à 700°C/850 MPa ($R=0,05$) en fonction du temps de maintien à contrainte maximale annoté en secondes au-dessus de chaque courbe.

Les données caractéristiques de ces essais sont résumées dans le tableau III.5.

Zone (n°)	Δt (s)	$t_{\sigma_{max}}$ (h)	N_R	A%	$\dot{\epsilon}$ (s^{-1})
3	0	-	1887569	1,6	$1,7 \cdot 10^{-9}$
1	1	297	355951	4,8	$1,0 \cdot 10^{-8}$
8	3	212	152982	5,2	$7,9 \cdot 10^{-9}$
4	10	89	32025	6,7	$1,9 \cdot 10^{-8}$
4	60	70	4200	10,0	$2,1 \cdot 10^{-8}$
3	300	38	460	7,2	$5,2 \cdot 10^{-8}$
7	3600	68	68	13,5	$2,5 \cdot 10^{-8}$
6	∞	76	-	9,0	$3,9 \cdot 10^{-8}$

Tableau III.5 – Données relatives aux essais de fatigue-fluage sous air à 700°C/850 MPa ($R=0,05$) de l'état de référence. $t_{\sigma_{max}}$: Temps cumulé à contrainte maximal à rupture, N_R : Nombre de cycles à rupture.

Cela est plus particulièrement mis en évidence sur la Figure III.31, en notant que celle-ci présente le nombre de cycles à rupture en échelle logarithmique. Ainsi, il existe bien un fort couplage entre ces deux types de sollicitation puisque l'interaction fatigue-fluage ne se réduit pas à la somme des dommages en fatigue et en fluage. Ce phénomène a déjà été montré dans d'autres superalliages, comme le GH4133B [Hu et Wang, 2009] ou le N18 [Fla-geolet, 2005] en réalisant des essais de fatigue et de fluage séparément et/ou successivement.

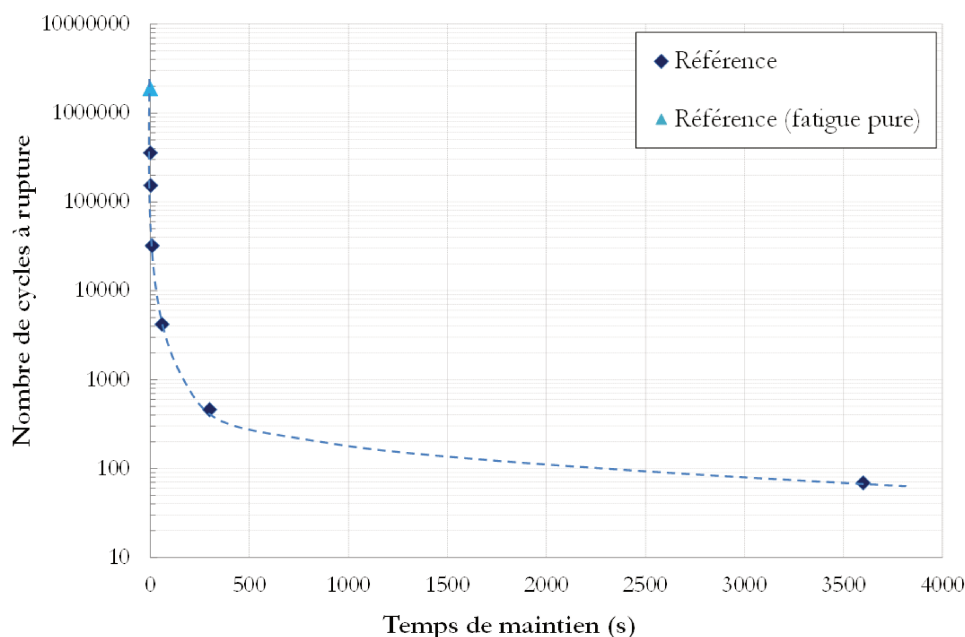


Figure III.31 – Impact du temps de maintien à contrainte maximale Δt sur le nombre de cycles à rupture en fatigue-temps de maintien à 700°C/850 MPa ($R=0,05$)

En effet, dans l'étude menée sur le GH4133B, des essais découplés de fatigue puis de fluage (et inversement) ont été réalisés. Lorsque le changement de sollicitation a lieu, les mécanismes de déformation changent progressivement, ce qui conduit à une modification de la vitesse de déformation [Hu et Wang, 2009]. De plus, la durée de vie en fluage ne serait pas affectée par le pré-cyclage en fatigue. À l'inverse, réaliser un essai de fluage avant un essai de fatigue conduit à un abattement considérable du nombre de cycles à rupture. Néanmoins, la durée de vie d'un essai "fluage puis fatigue" est plus longue qu'un essai "fatigue-fluage" indiquant un cumul de dommage fatigue/fluage fortement non linéaire. Cela rejoint les travaux de Flageolet sur le N18 [Flageolet, 2005].

L'observation des faciès de rupture de ces différentes éprouvettes permet également de mettre en évidence le rôle du temps de maintien sur le mode d'endommagement de la matière de référence. Les faciès des éprouvettes sollicitées en fatigue pure, en fluage pur, et en fatigue-temps de maintien pour des Δt de 1s, 10s et 3600s sont présentés figure III.32. Les zones d'amorçage délimitées par des pointillés bleus sur la figure III.32, sont toutes localisées en surface, quel que soit le temps de maintien Δt , hormis pour la fatigue pure. En effet, la zone d'amorçage de l'éprouvette sollicitée en fatigue pure est interne (Figure III.32.a et b). Dans ce cas, l'amorçage a eu lieu très probablement sur un joint de macles dans un amas de gros grains résiduels (taille de grains $> 30-40 \mu\text{m}$). Cette taille de grains n'a pour l'instant jamais été observée dans les éprouvettes, et surtout, n'a pas été identifiée comme un point faible lors des essais de fluage. S'il s'agit effectivement d'un gros grain, cela signifie qu'une hétérogénéité de ce genre est le lieu privilégié d'amorçage de fissure par fatigue. Ce type d'amorçage a déjà été observé sur le René 88DT à 593°C-600MPa [Miao *et al.*, 2009].

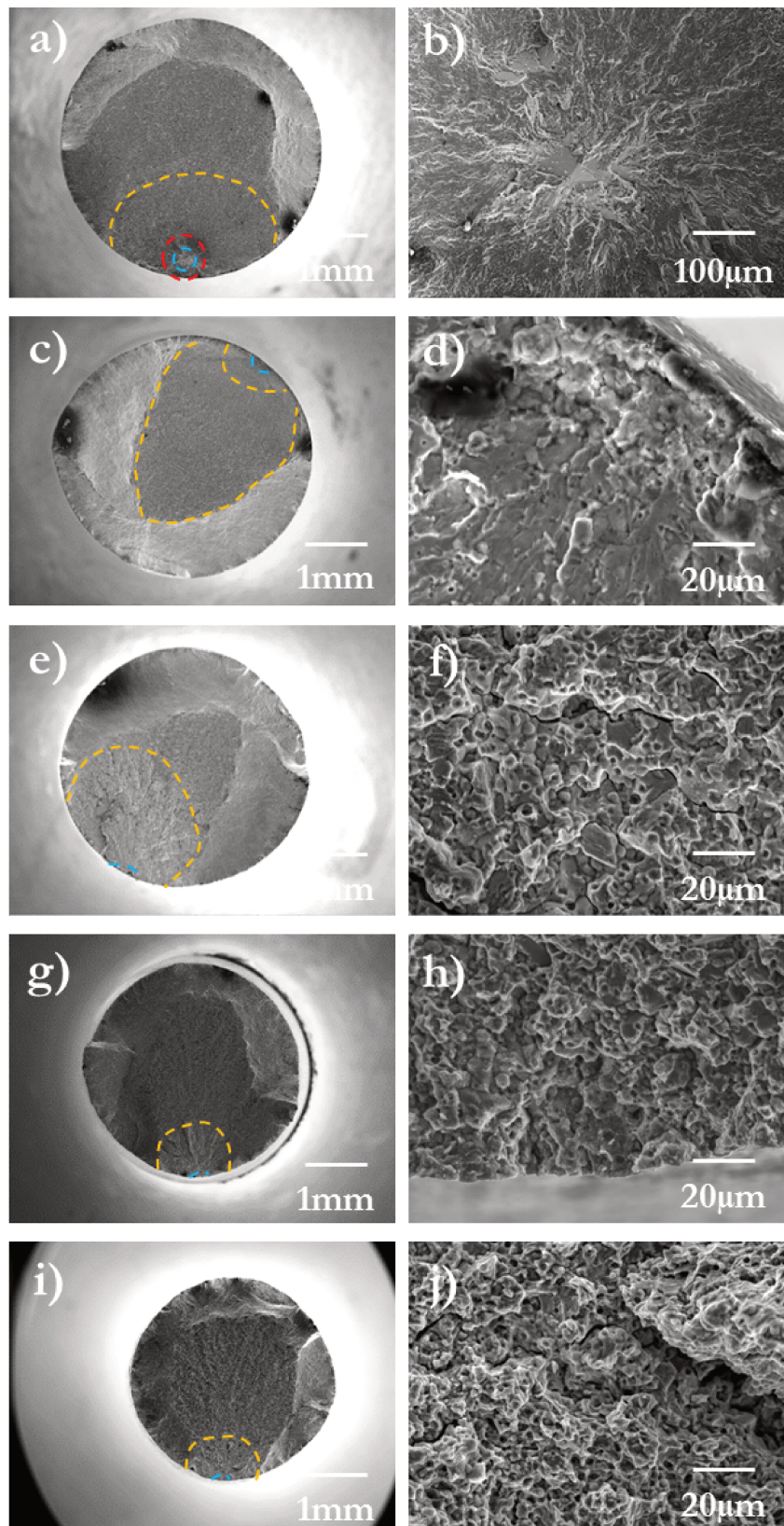


Figure III.32 – Faciès de rupture en fatigue (a,b) et en fatigue-temps de maintien avec des Δt de (c,d) 1s (e,f) 10s (g,h) 3600s et en fluage (i,j) à 700°C/850 MPa. Les pointillés bleus et orange délimitent les zones d'amorçage et de propagation respectivement. Les pointillés rouges délimitent la zone de propagation de fissures sous vide.

À partir de ce site d'amorçage, deux zones de propagation de fissures sont distinguables (Figure III.32.a). La première, semi-circulaire transgranulaire rayonnant autour de la zone d'amorçage, est délimitée par les pointillés rouges autour de la zone d'amorçage. Ce mode de propagation – ici sous vide – est caractéristique d'un endommagement par fatigue. Les fissures se propagent ainsi sous vide de cette zone d'amorçage jusqu'à atteindre la surface de l'éprouvette. Dès lors, l'oxydation va ensuite modifier la vitesse de propagation des fissures. La deuxième zone de propagation se situe entre les pointillés rouges et orange sur la figure III.32.a. Il est difficile de déterminer le mode de propagation associé à cette fissure. Le reste du faciès correspond à la rupture finale de l'éprouvette.

L'observation des faciès de fatigue-temps de maintien montre qu'il existe bien une transition des modes de propagation de fissures en fonction du temps de maintien :

- pour un $\Delta t = 1s$, la zone de propagation ressemble à celle en fatigue pure, avec un faciès en rivières témoignant d'une propagation transgranulaire, à partir d'un point singulier en surface.
- pour un $\Delta t = 10s$, la présence de nombreuses facettes ainsi que les traces des précipités γ'_I montrent que la propagation des fissures est majoritairement intergranulaire.
- pour les $\Delta t > 10s$, la présence de nombreuses traces des précipités γ'_I parmi quelques facettes, montre que la propagation reste mixte mais l'endommagement semble être davantage transgranulaire. Ces faciès ressemblent au faciès de l'éprouvette sollicitée en fluage pur, qui ne présente quant à lui que des cupules.

Les zones d'amorçage des éprouvettes sollicitées en fatigue-temps de maintien sont toutes en surface. Il est cependant difficile d'en déterminer la nature en se basant uniquement sur les observations de faciès. C'est pourquoi les fûts de ces éprouvettes ont été observés pour extraire une information des fissures secondaires. Systématiquement les zones d'amorçage de fissures en fatigue-temps de maintien sont de nature intergranulaire, comme le montre l'exemple reporté sur la Figure III.33.

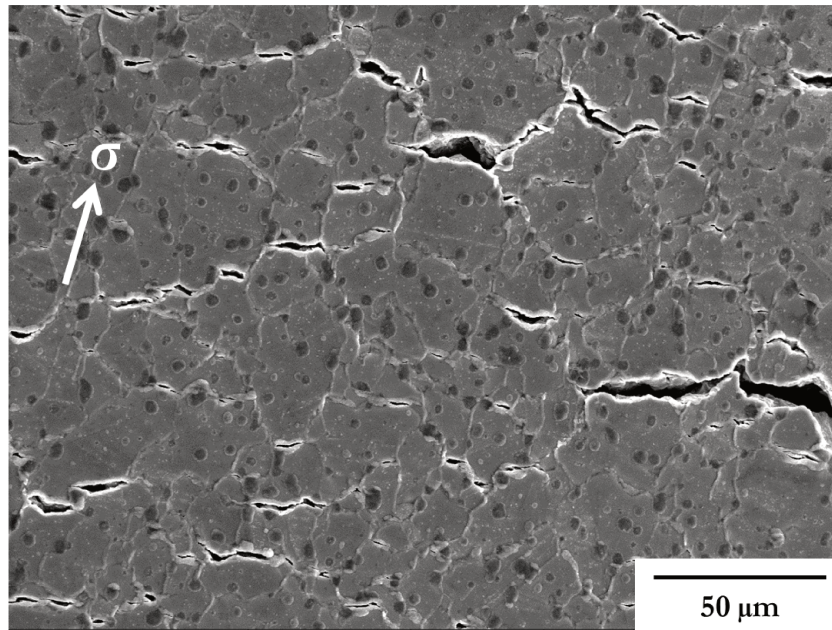


Figure III.33 – Fût d’une éprouvette sollicitée en fatigue-temps de maintien à 700°C/850MPa ($R=0,05$, $\Delta t=10s$) : amorçage localisé aux joints de grains et aux interfaces précipités γ'_{II} /joint de grains.

Ainsi, le temps de maintien impacte non seulement le comportement mais aussi les modes d’endommagement de la matière de référence à 700°C/850 MPa, et donc sa durabilité.

III.2.3.b Impact de la précipitation intragranulaire

Afin de quantifier l’impact de la précipitation intragranulaire sur les propriétés en fatigue-temps de maintien à 700°C, deux essais ont été réalisés sur l’état de référence et traité *subsolvus* puis refroidi à une vitesse de $50^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$ avec des temps de maintien de 10 et 300 secondes. Pour rappel, ce dernier traitement thermique a été réalisé dans le but d’obtenir une taille de précipités équivalente à celle obtenue après un sur-vieillissement de 500h à 800°C mais sans phases TCP. Ainsi ce traitement thermique simule les conséquences du sur-vieillissement métallurgique en termes de croissance des précipités γ'_{II} , mais sans faire précipiter les phases TCP. Les analyses stéréologiques de ces éprouvettes sont rappelées dans le tableau III.6.

Éprouvette	$\Phi_{\gamma'_{II}}$ (nm)	$\Phi_{\gamma'_{III}}$ (nm)	L_{moy}
Référence (ZI)	34,2	13,1	32
Traité	92	21	45

Tableau III.6 – Analyses stéréologiques des éprouvettes de référence issue de la zone intérieure de la couronne et de l’état traité *subsolvus* sans particules TCP

La figure III.34 présente les courbes de comportement en fonction du temps cumulé à

contrainte maximale. Les vitesses minimales de déformation en fonction de la déformation de ces essais sont présentées Figure III.35.

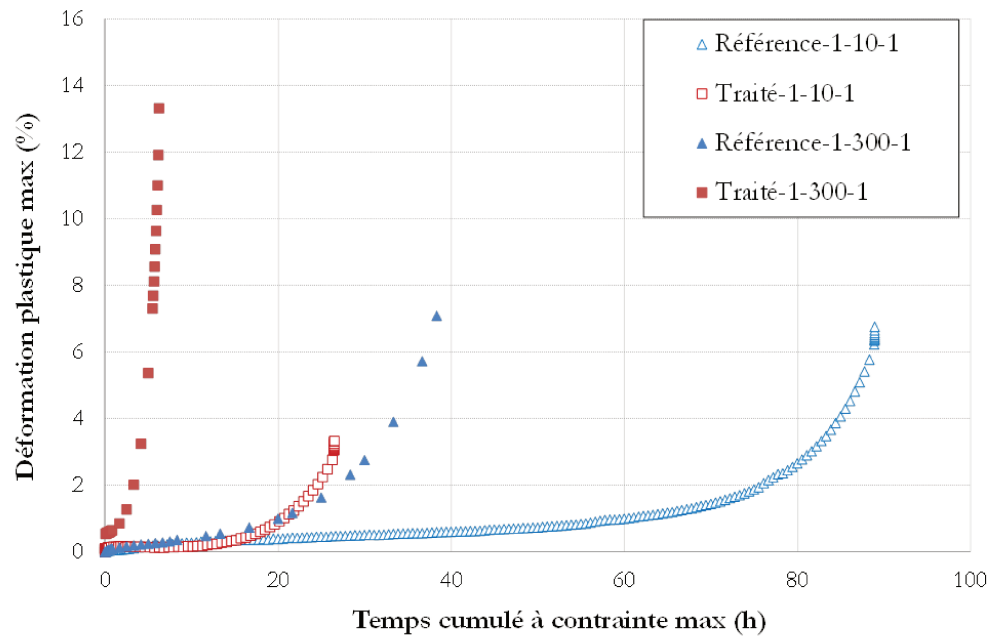


Figure III.34 – Impact de la taille des précipités γ'_{II} sur le comportement et la durabilité du René 65 en fatigue-temps de maintien (700°C/850 MPa, R=0,05).

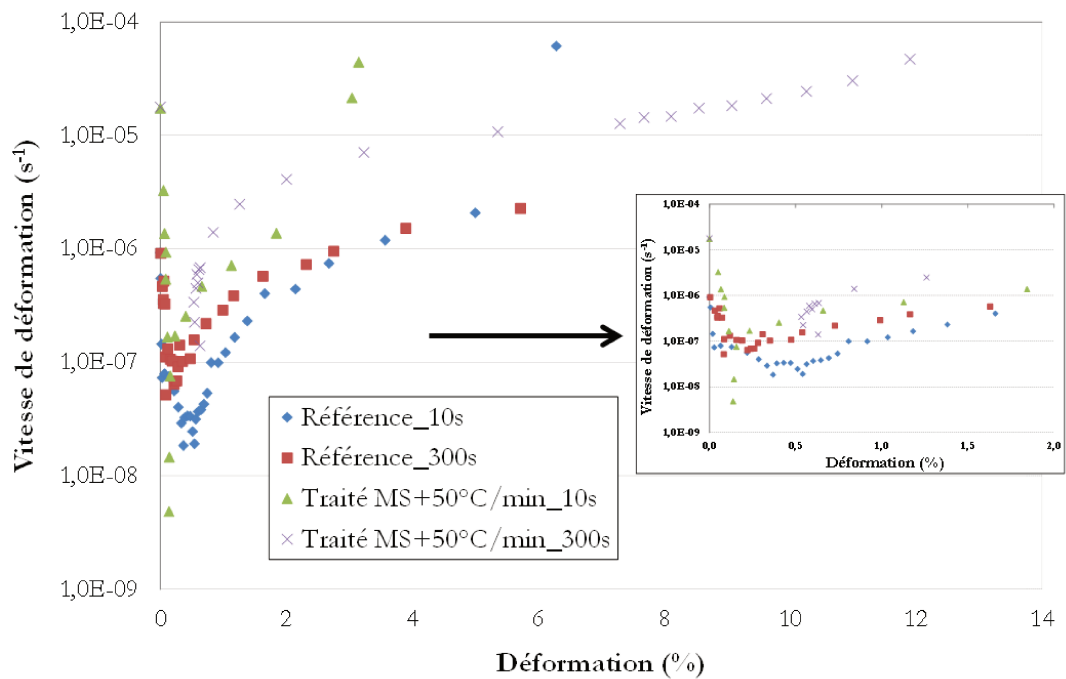


Figure III.35 – Impact de la taille des précipités γ'_{II} sur la vitesse minimale de déformation du René 65 en fatigue-temps de maintien (700°C/850 MPa, R=0,05).

Les caractéristiques de ces essais sont résumées dans le tableau III.7.

Éprouvette	Δt (s)	N_R	A%	$\dot{\epsilon}_{min}$ (s ⁻¹)
Référence	10	32025	6,75	$1,9 \cdot 10^{-8}$
Référence	300	460	7,8	$5,2 \cdot 10^{-8}$
Traité	10	9543	3,8	$1,5 \cdot 10^{-8}$
Traité	300	75	13,3	$1,4 \cdot 10^{-7}$

Tableau III.7 – Données relatives aux essais de fatigue-temps de maintien sous air à 700°C/850MPa de l'état de référence pilon et traité *subsolvus* refroidit à 50°C/min

D'après les Figures III.34 et III.35, les éprouvettes traitées sont autant sensibles à la fatigue-temps de maintien que les éprouvettes de référence. En effet, deux régimes apparaissent en fonction du Δt :

- pour un $\Delta t > 10s$, la vitesse de déformation est très élevée, le stade de type fluage secondaire est inexistant pour l'éprouvette traitée (alors qu'il est très bref pour l'éprouvette de référence). Une déformation accélérée de type fluage tertiaire apparaît très tôt dans le comportement (à une déformation d'environ 0,5%), et l'allongement à rupture est de l'ordre de 13%, probablement associé à un endommagement en volume plus important.
- pour un $\Delta t \leq 10s$, la vitesse de déformation minimale est une décade plus faible que pour les Δt plus élevés. Le stade secondaire est à nouveau quasi inexistant. Pour ces temps de maintien l'endommagement est plus tardif et l'allongement à rupture plus faible. Ce dernier résulte d'un endommagement en volume moindre associé au développement d'une fissure principale de fatigue.

De plus, l'augmentation de la taille des précipités intragranulaires ainsi que de la distance interprécipités affectent les propriétés en fatigue-temps de maintien, car :

- pour un $\Delta t \leq 10s$, le nombre de cycles à rupture (ou la durée de vie) est plus faible d'un facteur 3,4 que l'état de référence. L'allongement à rupture ainsi que la vitesse de déformation (partie associée à du fluage secondaire) peuvent être quant à eux considérés comme équivalents.
- pour un $\Delta t > 10s$, la vitesse de déformation minimale est supérieure d'au moins une décade. Le nombre de cycles à rupture (ou la durée de vie) est moindre d'un facteur 6. En revanche, l'allongement à rupture est supérieur d'un facteur 2 par rapport à l'état de référence.

Par conséquent, la précipitation intragranulaire a davantage d'influence sur les propriétés en fatigue-temps de maintien pour de longs Δt , ce qui est cohérent avec l'impact de la taille

des précipités γ'_{II} observé sur les propriétés en fluage à 700°C/800 MPa (cf Figure III.26 et Tableau III.3).

L'impact de la taille des précipités intragranulaires sur l'endommagement du matériau est difficile à discerner (Figure III.36).

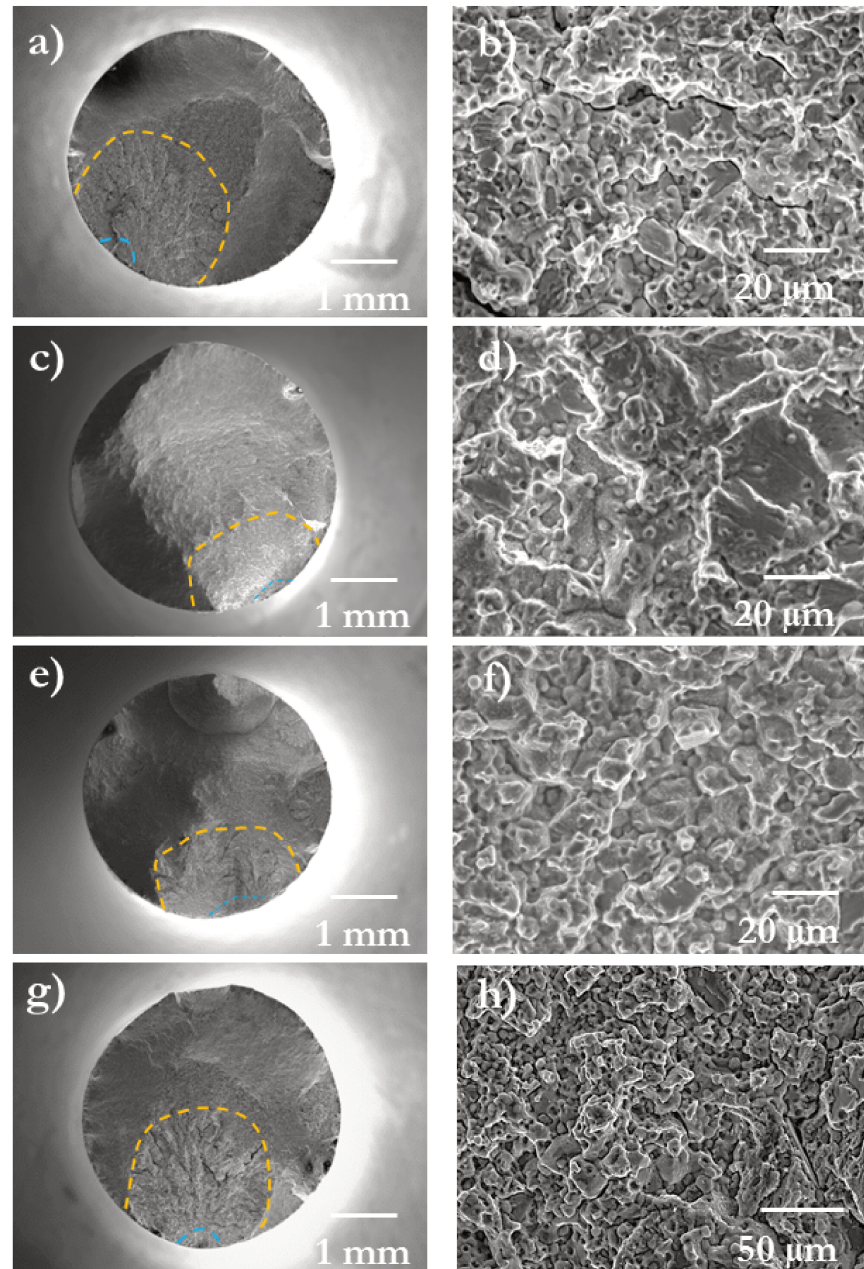


Figure III.36 – Faciès de rupture des éprouvettes de référence pour des Δt de 10s (a,b) et 300s (g,h) et des éprouvettes traitées *subsolvus* puis refroidies à 50°C/min pour des Δt de 10s (c,d) et 300s (e,f). Les images b, d, f et h représentent un zoom proche de la zone d'amorçage.

D'après la Figure III.36, les zones d'amorçage sont toujours en surface, probablement sur un joint de grains ou sur une interface précipité γ'_I /joint de grains (cf Figure III.33). Les faciès

de rupture de l'état traité montrent à nouveau que plus le temps de maintien augmente, plus le mode de propagation de fissures passe d'un mode mixte majoritairement intergranulaire à un mode où la proportion de propagation transgranulaire augmente (Figures III.36.c à f). En revanche, les faciès de rupture de l'état de référence et de l'état traité sont tout à fait similaires et ressemblent aux faciès de l'état de référence en fluage. Cela suggère que la taille des précipités γ' intragranulaires affecte peu les premiers stades de propagation de fissures.

III.2.4 Impact des particules TCP sur les propriétés en fluage à 700°C

III.2.4.a Présentation des essais de fluage

Afin de quantifier l'impact des TCP – et d'un probable effet de leur fraction – sur les propriétés viscoplastiques, des essais de fluage ont été réalisés à 700°C/800 MPa sur de la matière vieillie 24h, 100h et 500h à 800°C. Pour rappel, ces sur-vieillissements ont été choisis pour faire précipiter des phases TCP aux joints de grains et autour des précipités γ' selon le diagramme TTT établi expérimentalement (cf Chapitre II). Les sur-vieillissements de 100h et 500h conduisent à la précipitation de phases σ et μ , mais à des fractions surfaciques différentes. La nature cristallographique des particules précipitant dès 24h à 800°C n'a pas été analysée car ce sur-vieillissement amène à une très faible quantité de particules aux joints de grains. De plus, l'état sur-vieilli 4000h à 700°C conduisant à la précipitation de phase σ en très faible quantité a également été testé sous les mêmes conditions de sollicitation.

Les fractions surfaciques moyennes des particules TCP en fonction des conditions de sur-vieillissement sont rappelées dans le tableau III.8.

T (°C)	t (h)	Fraction moy. (%)
800	24	0,06
800	100	0,45
800	500 (ZE)	1,44
800	500 (ZI)	1,16
700	4000	0,30

Tableau III.8 – Évolution de la fraction surfacique moyenne des particules TCP en fonction des conditions de sur-vieillissement

La Figure III.37 présente les courbes de fluage de l'état de référence en fonction de la zone de prélèvement dans la couronne : l'éprouvette issue de la zone extérieure de la couronne est notée "FC" pour Fast Cooling, et l'éprouvette issue de la zone intérieure est notée "MC" pour Medium Cooling. Sont ajoutées à cette figure les courbes de fluage de deux éprouvettes sur-vieillies 500h/800°C, issues des zones MC et FC de la même couronne, ainsi que celle de l'éprouvette sur-vieillie 4000h/700°C. De plus, afin de mettre en évidence le rôle uniquement des TCP sur les propriétés en fluage, les courbes de fluage des éprouvettes traitées

1080°C/4h et refroidies 50°C/min et 155°C/min ont été ajoutées. La Figure III.38 présente les vitesses minimales de fluage des différents états de la matière en fonction de la déformation.

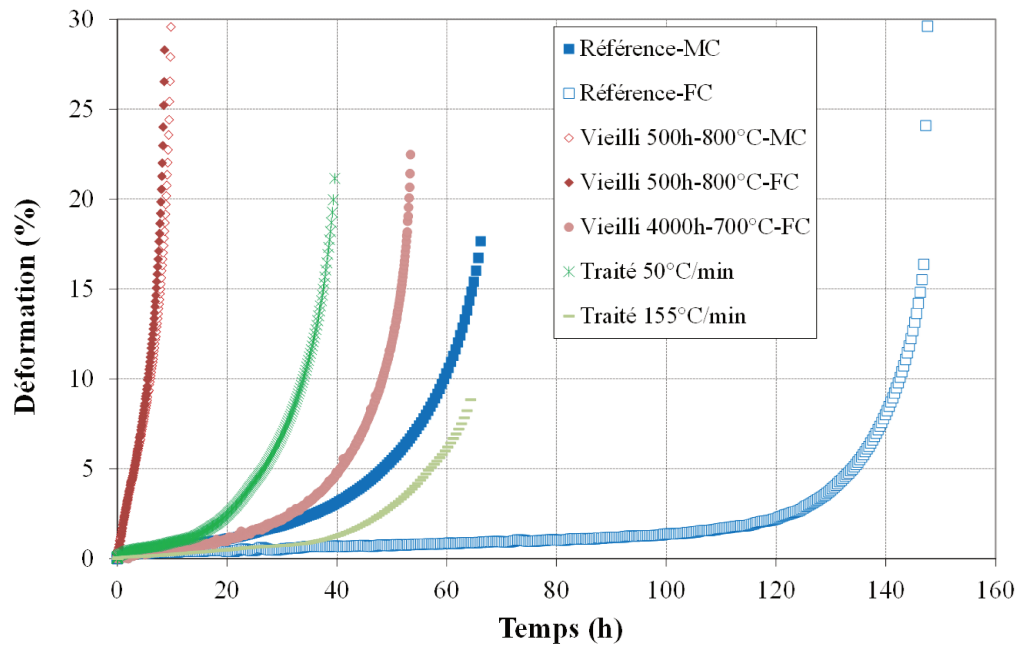


Figure III.37 – Impact de la taille des précipités γ'_{II} et de la précipitation des phases TCP sur le comportement et la durabilité en fluage à 700°C/800 MPa.

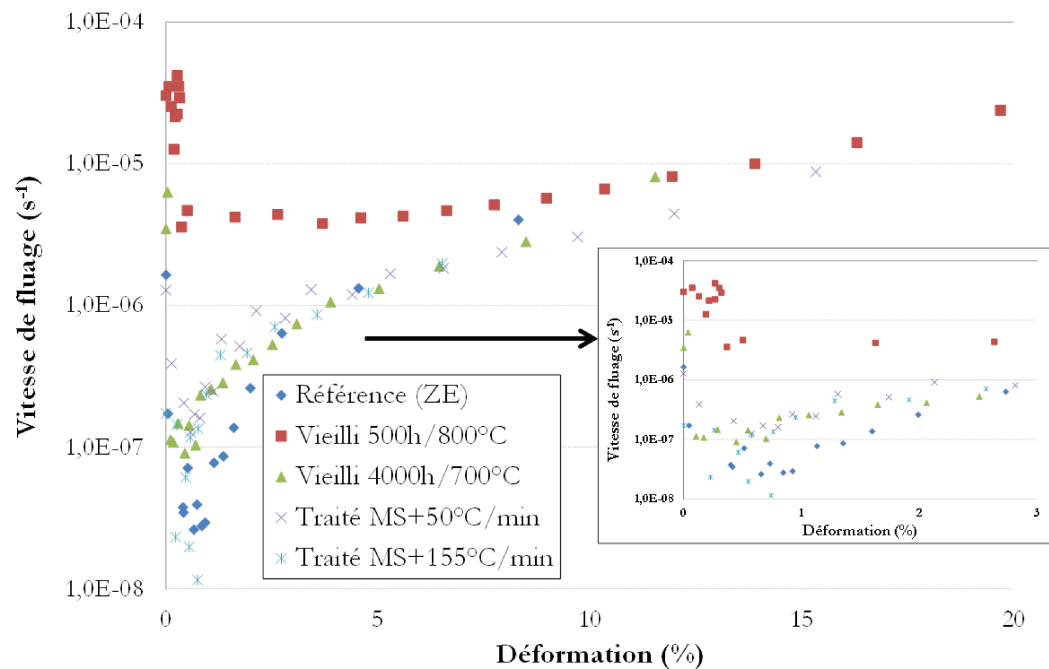


Figure III.38 – Impact de la taille des précipités γ'_{II} et de la précipitation des phases TCP sur la vitesse minimale de fluage à 700°C/800 MPa.

Dans un premier temps, en comparant les courbes de fluage des états vieillis 500h/800°C avec les courbes des éprouvettes issues des deux zones de la couronne de référence corres-

pondantes, plusieurs constatations peuvent être établies :

- La taille des précipités γ'_{II} et la précipitation des phases σ et μ réduisent la durée de vie d'un facteur 15 par rapport à la plus longue durée de vie obtenue avec l'état de référence.
- Ce sur-vieillissement conduit à une accélération immédiate de la vitesse de fluage, et à une augmentation de l'allongement à rupture des éprouvettes, ce qui n'était pas nécessairement attendu.
- Sur-vieillir 500h à 800°C permet d'annihiler les hétérogénéités de précipitation intragranulaire initialement présentes entre les deux zones de prélèvement de la couronne de référence. C'est pourquoi les courbes de fluage correspondantes sont quasiment superposées.

Les mêmes conclusions peuvent être déduites de la comparaison entre les courbes de fluage de l'état sur-vieilli 4000h/700°C et des états de référence. Cependant, l'impact de ce sur-vieillissement est moindre comparativement au vieillissement de 500h/800°C puisque les précipités γ'_{II} ont beaucoup moins grossi et que la fraction de phase σ aux joints de grains est très faible (cf Chapitre II et Tableau III.8).

Enfin, en comparant les courbes de fluage des états sur-vieillis 500h/800°C et celle de l'état traité 1080°C/4h/50°Cmin⁻¹, équivalent en termes de taille de précipités γ'_{II} , il est alors possible de montrer clairement le rôle seul des phases σ et μ sur le comportement et la durabilité en fluage à 700°C. En effet, la présence de ces phases TCP aux joints de grains conduit à une augmentation de la vitesse de fluage d'au moins une décade et à un allongement à rupture supérieur de 10 à 15%.

Nous pouvons donc nous interroger sur l'impact de la fraction surfacique de ces particules de phases σ et μ sur la vitesse de fluage et/ou sur la ductilité du René 65. Pour répondre à cette question, les courbes de fluage correspondantes cette fois aux états sur-vieillis 24h et 100h à 800°C sont ajoutées Figure III.39. La Figure III.40 reporte ces données en vitesse de fluage. Les données relatives à tous ces essais sont résumées dans le tableau III.9.

D'après les Figures III.39 et III.40, la fraction surfacique des particules de phases TCP a bien des répercussions à la fois sur la vitesse minimale de fluage ainsi que sur l'allongement à rupture. En effet, entre 24h et 500h de sur-vieillissement à 800°C, la vitesse minimale de fluage augmente d'une décade et l'allongement à rupture d'environ 13 %. Le mode de fluage semble être également affecté par la fraction de particules TCP aux joints de grains dans la mesure où un bref stade secondaire a lieu lorsque la fraction est la plus élevée (500h/800°C), alors qu'il est inexistant pour des fractions de particules plus faibles.

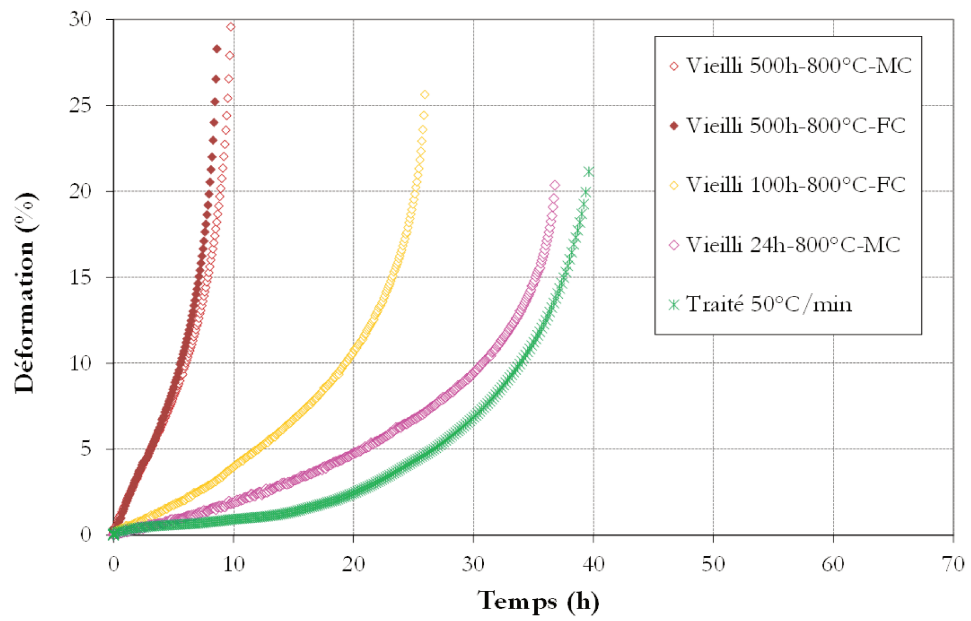


Figure III.39 – Impact de la fraction des phases TCP sur le comportement et la durabilité en fluage à 700°C/800 MPa.

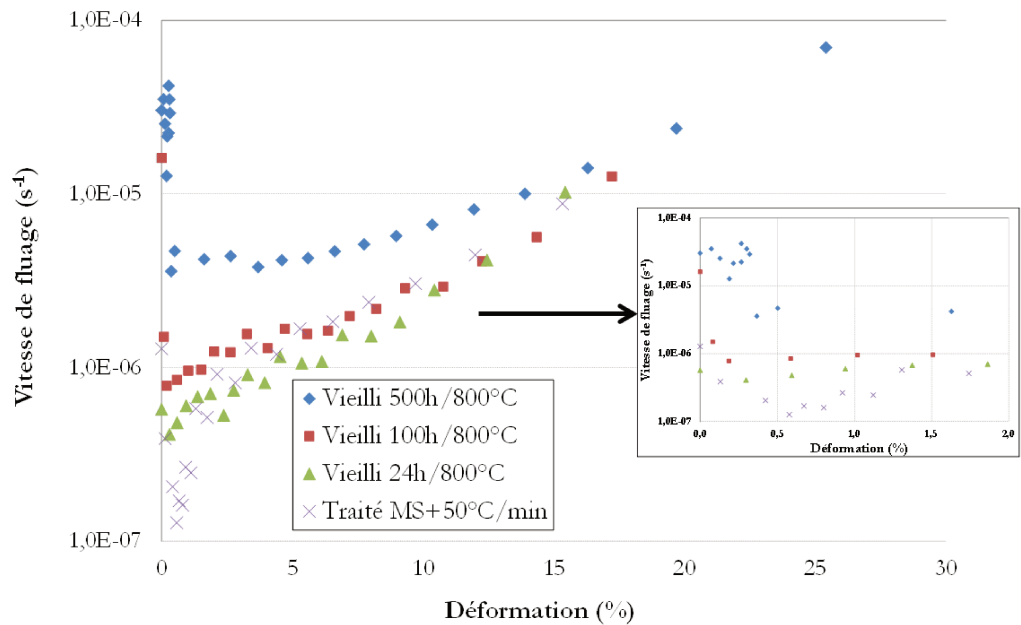


Figure III.40 – Impact de la fraction des phases TCP sur la vitesse minimale de fluage à 700°C/800 MPa.

Éprouvettes	TTh	t_R (h)	A%	$\dot{\epsilon}_{min}$ (s ⁻¹)
Référence (MC)	-	66,2	17,7	1,1.10 ⁻⁷
Référence (FC)	-	147,8	18,9	2,7.10 ⁻⁸
Vieilli (MC)	500h/800°C	9,9	35,9	4,2.10 ⁻⁶
Vieilli (FC)	500h/800°C	8,7	30,5	4,4.10 ⁻⁶
Vieilli (FC)	100h/800°C	25,9	24,4	9,6.10 ⁻⁷
Vieilli (MC)	24h/800°C	36,8	20,4	4,9.10 ⁻⁷
Traité	50°C/min	39,6	21,1	1,3.10 ⁻⁷
Vieilli (FC)	4000h/700°C	53,4	22,5	1,2.10 ⁻⁷
Traité	155°C/min	64,4	8,8	7,1.10 ⁻⁸

Tableau III.9 – Caractéristiques des essais de fluage sous air à 700°C/800 MPa des états vieillis, traités et de référence.

Par conséquent, il est probable que les phases TCP aient un rôle sur l'endommagement du René 65 du fait de cette augmentation de la ductilité, que ce soit après un vieillissement de 500h/800°C ou de 4000h/700°C.

Ainsi, les faciès de rupture des éprouvettes pré-vieillies 500h à 800°C et traitée *subsolvus* puis refroidie 50°C/min ont été observés (Figure III.41).

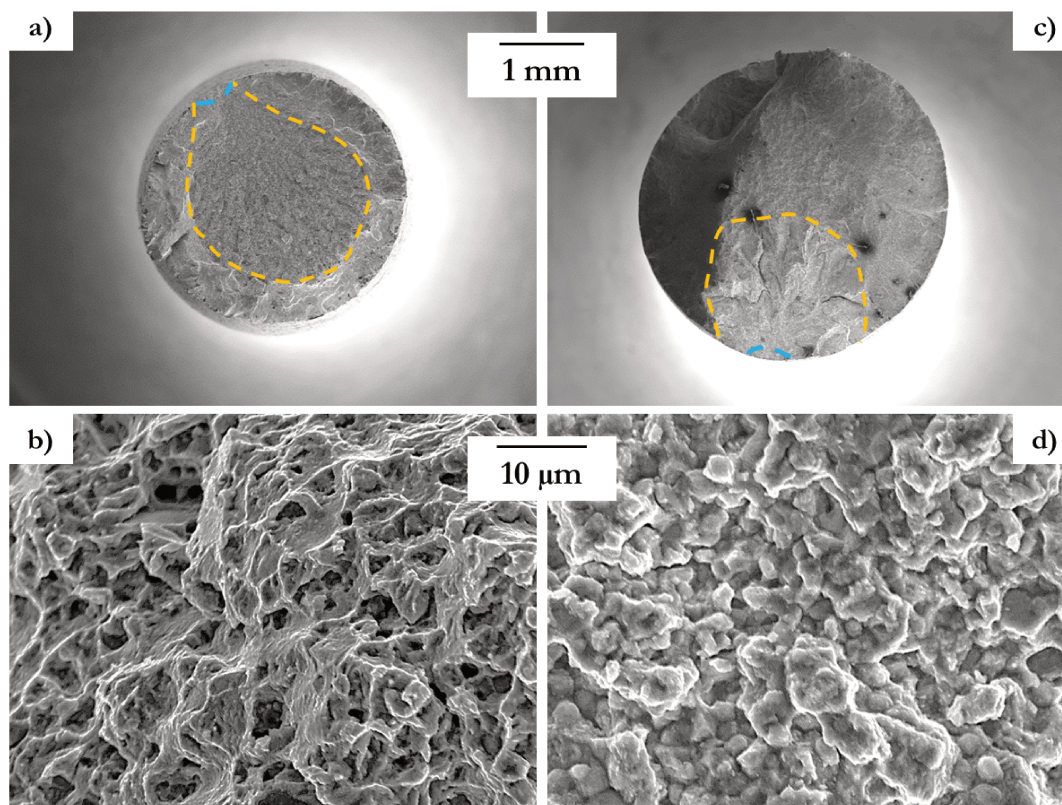


Figure III.41 – Faciès de rupture en fluage à 700°C/800 MPa des éprouvettes vieilles 500h à 800°C (a,b) et traitée 1080°C/4h/50°Cmin⁻¹ (c,d). Zones d'amorçage et de propagation délimitées en pointillés bleus et orange respectivement. Les images (b) et (d) sont des zooms pris dans les zones de propagation proches de la zone d'amorçage.

Les deux faciès de rupture présentent chacun une zone d'amorçage principale en surface (délimités par des pointillés bleus), provenant probablement d'un joint de grains. Les zones de propagation (délimitées en pointillés orange) semblent être cependant différentes. En effet, la zone de propagation des fissures de l'éprouvette sur-vieillie présente de nombreuses cupules caractéristiques d'une propagation de fissures transgranulaire. Cela corrobore le fort allongement à rupture observé sur les éprouvettes sur-vieillies. La zone de propagation des fissures de l'éprouvette traitée présente des traces de précipités γ'_I et quelques facettes, signifiant que la propagation des fissures est en partie intergranulaire.

D'autre part, les particules TCP présentes aux joints de grains des éprouvettes sur-vieillies ne sont pas visibles sur les faciès de rupture (contrairement aux faciès d'éprouvettes de résilience présentés dans le chapitre suivant). Par conséquent, les particules TCP ne semblent pas, à priori, affecter le mode de rupture en fluage. Or, le sur-vieillissement de 500h à 800°C rend les joints de grains plus ductiles (cf Chapitre IV), les rendant plus résistants à l'amorçage de fissures. En revanche, si les joints de grains se déforment plus, les incompatibilités de déformation de grain à grain vont augmenter et favoriser l'amorçage.

Les observations des faciès de rupture ne suffisent donc pas pour avoir une certitude sur le rôle des particules TCP sur l'endommagement en fluage. Par conséquent, une autre approche décrite ci-après a été mise en œuvre.

Afin d'observer les premiers stades d'endommagement en fluage, la seconde approche consiste à réaliser des essais de fluage sous air (700°C/800 MPa) interrompus à des taux de déformation plastique faibles et identiques entre l'état pré-vieilli 500h à 800°C et l'état de référence. Nous aurions pu choisir comme critère d'arrêt un pourcentage du temps d'essai par rapport au temps à rupture. Néanmoins, il est préférable de comparer des taux de déformation égaux plutôt que des fractions de durée de vie puisque ces deux états ont des comportements mécaniques très différents (l'état vieilli se déforme beaucoup plus rapidement que l'état de référence).

Dans un premier temps, un essai interrompu à 5% de déformation a été réalisé, puis le fût a été observé au MEB conventionnel. Il s'avère que ce taux de déformation conduit déjà la création de très nombreuses fissures intergranulaires autour des précipités γ'_I le long du fût de l'éprouvette (Figure III.42). Cela corrobore les observations réalisées sur des éprouvettes sur-vieillies en N18 (contenant des phases TCP [Flageolet, 2005]) et en l'U720Li (ne contenant pas de phases TCP [Billot, 2010]). D'après ces études, le sur-vieillissement conduit à l'augmentation des fissures secondaires intergranulaires le long des fûts. Ce phénomène serait également assisté par oxydation. Ainsi, il est intéressant de savoir si la présence de particules TCP provoque ou accélère ce processus.

Par conséquent, plusieurs essais ont été réalisés afin d'évaluer le niveau de déformation plastique pour lequel apparaissent les toutes premières fissures le long du fût. Au bilan, quatre essais ont été réalisés sur des éprouvettes pré-vieillies 500h à 800°C et sollicité jusqu'à des taux de déformation plastique de 5%, 2%, 1% pour finir à 0,5%. La matière de référence a été déformée jusqu'à atteindre 0,5% de déformation également.

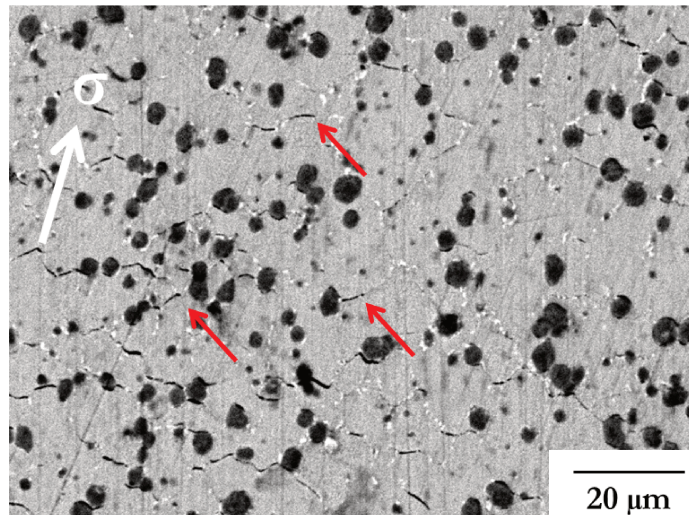


Figure III.42 – Image du fût d’une éprouvette sur-vieillie 500h/800°C ayant subi un essai de fluage sous air à 700/800MPa, $\varepsilon=5\%$. Présence de nombreuses fissures intergranulaires (flèches rouges).

Les éprouvettes vieilles et de référence, déformées à 0,5%, ont ensuite été observées au MEB conventionnel. Une séquence de clichés a été prise au centre de la partie utile de chaque éprouvette afin de balayer tout le pourtour du fût après essai. L’objectif étant de pouvoir dénombrer les fissures intergranulaires ainsi que les nombreux pores de décohé- sions autour des précipités γ'_I comme le montre la Figure III.43.

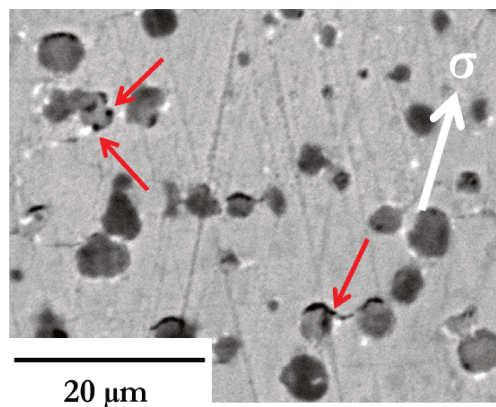
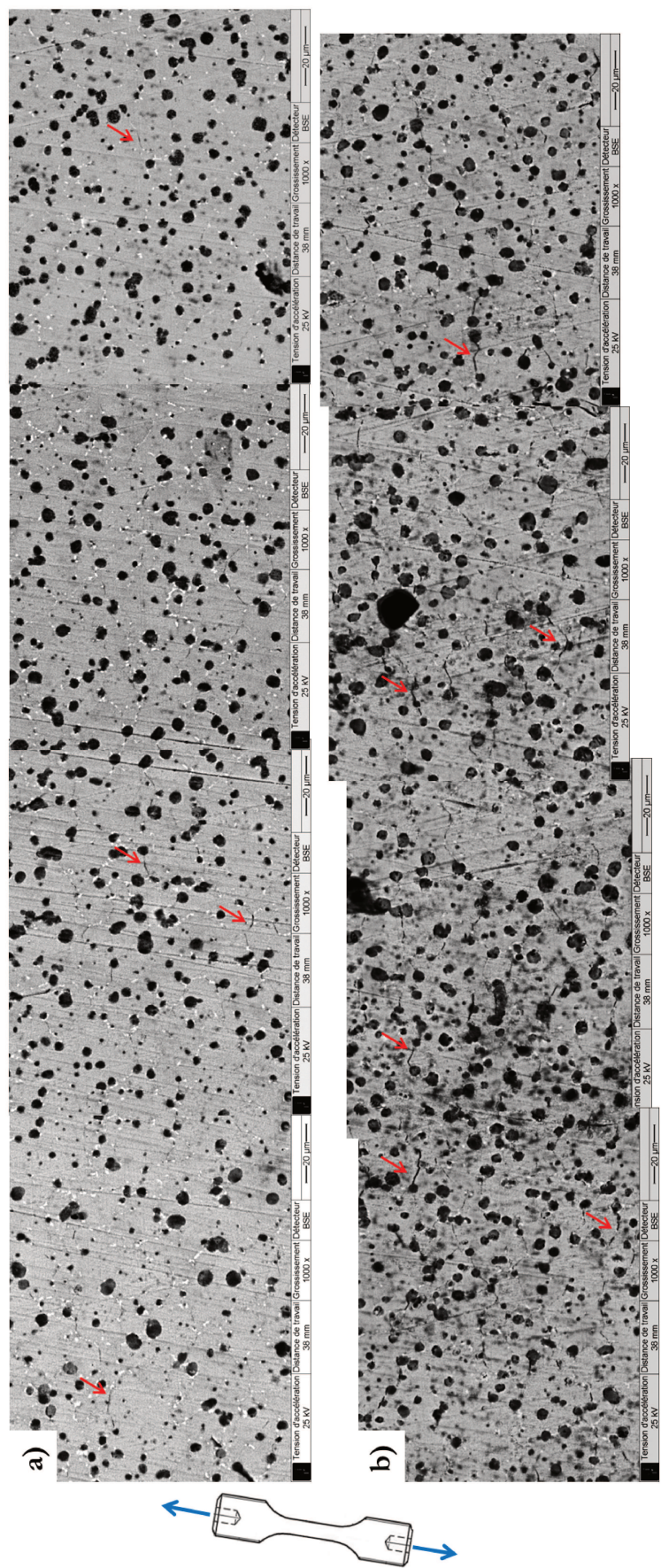


Figure III.43 – Exemple de pores de décohé- sion et amorçage de fissures dans l’état vieilli 500h/800°C (pointés par les flèches rouges).

La figure III.44 présente un exemple d’une série de clichés pour chaque éprouvette. À partir des séquences complètes, une méthode a été choisie et schématisée figure III.45 afin de dénombrer la longueur des fissures et des pores de décohé- sion. L’objectif de la démarche est d’obtenir une information quantitative sur le rôle des particules TCP sur l’amorçage et/ou la propagation de fissures. En effet, si le nombre de décohé- sions entre l’état de référence et l’état vieilli 500h à 800°C était identique, alors les particules TCP auraient un rôle sur la propagation de fissures.



À contrario, si le nombre de décohésions était plus élevé dans l'état vieilli mais que le nombre de fissures restait identique dans les deux éprouvettes, alors les particules TCP impacteraient l'amorçage de fissures. Un autre scénario possible serait la synergie des deux effets, se traduisant par un nombre plus élevé de décohésions et de fissures dans l'état vieilli 500h/800°C.

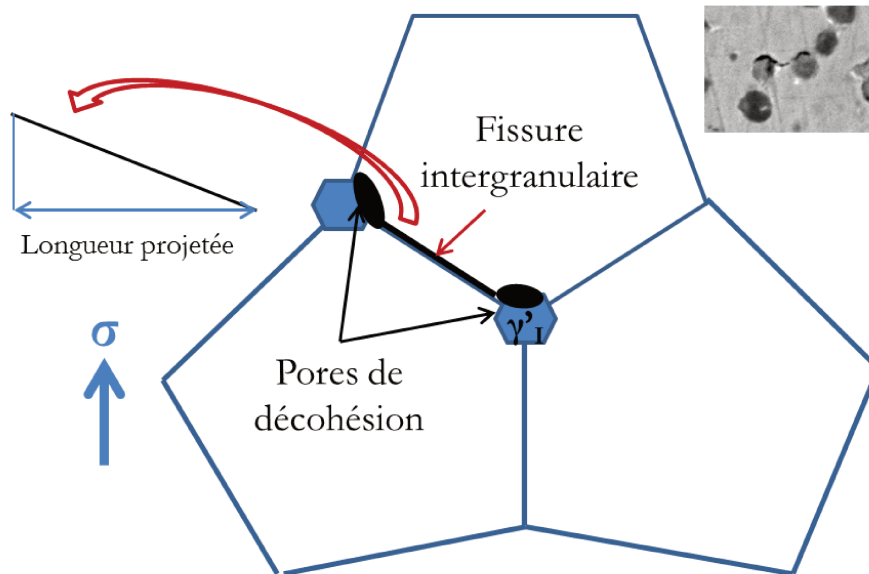


Figure III.45 – Classification des modes d'endommagement intergranulaires observés sur les fûts.

Afin de dénombrer les pores de décohésion et de mesurer les longueurs de fissures, les hypothèses décrites ci-après ont été adoptées :

- La longueur d'une fissure est égale à sa longueur projetée perpendiculairement à l'axe de sollicitation.
- Si la fissure relie deux précipités γ'_I , alors la longueur comprend aussi les pores de décohésion au niveau des précipités (Figure III.45).
- Enfin, la longueur des pores de décohésion ne concerne que la longueur de l'interface précipité γ'_I /matrice (Figure III.45). Sont comptés tous ceux qui conduisent à une fissure ou non.

Plusieurs sources d'erreurs peuvent affecter le dénombrement des pores et des fissures :

- Les fûts des éprouvettes sont localement très oxydés ce qui complexifie les observations.
- La qualité des clichés, à cause de la couche d'oxyde, ne permet pas toujours de réaliser un traitement d'image correct qui arrive à dissocier les pores des γ'_I et les fissures secondaires des rayures de polissage (lignes verticales sur la figure III.49). C'est pourquoi, faute de temps pour mettre au point un traitement d'images adapté et fiable, tous les dénombrements ont été faits "à la main", introduisant par

conséquent une source d'erreur supplémentaire.

Cette méthode a cependant permis d'évaluer la densité linéique (i.e nombre de fissures de même longueur) des fissures secondaires sur les fûts de quatre éprouvettes pré-vieillies 500h/800°C et déformées 5%, 2%, 1% et 0,5% (Figure III.46). D'après la figure III.46, la densité linéique de fissures augmentent avec le taux de déformation. Dès 0,5% de déformation, une population importante de fissures est établie. La longueur moyenne des fissures est alors d'environ 3 μm . Même si la densité de fissures augmente pour les taux de déformation plus élevés, cette valeur moyenne reste similaire. Il y a en effet production de nouvelles fissures et extension d'une partie de celles formées à 0,5%. Les fissures les plus longues semblent se propager le long des joints de grains par coalescence des fissures pré-existantes.

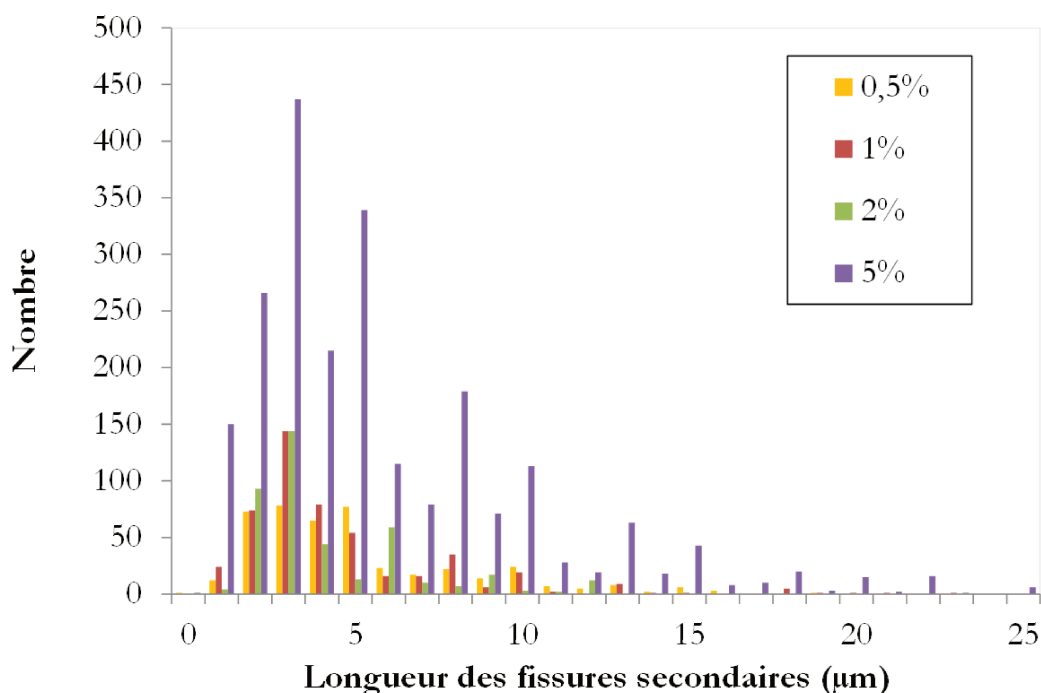


Figure III.46 – Densités linéiques des fissures au centre des éprouvettes sur-vieillies 500h/800°C et déformées pour 4 taux différents de déformation (fluage 700°C/800 MPa). Deux fissures longues de 35 μm et de 53 μm ont été également observées après 5% de déformation.

La figure III.47 représente le nombre de pores de décohésion et de fissures secondaires en fonction de leur longueur pour l'éprouvette sur-vieillie 500h à 800°C et déformée à 0,5%. La longueur d'un pore ne peut évidemment pas excéder le diamètre du précipité γ'_1 sur lequel cette décohésion se forme. D'après la figure III.47, la longueur maximale des pores est d'environ 3 μm .

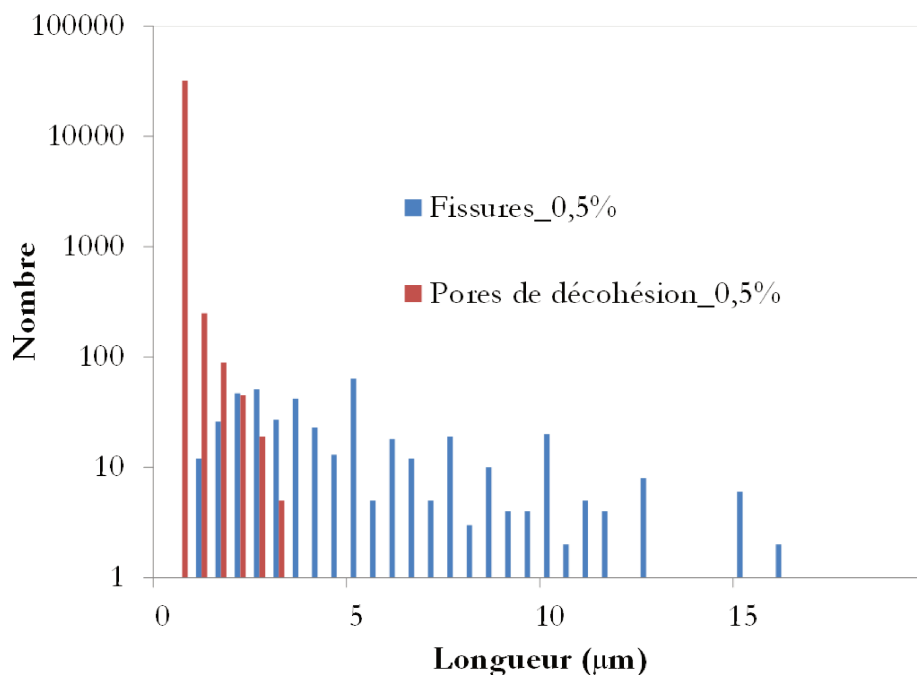


Figure III.47 – Nombre de pores de décohesion et de fissures secondaires au centre de l'éprouvette sur-vieillie 500h/800°C et déformée à 0,5% (fluage 700°C/800 MPa).

L'éprouvette de référence déformée à 0,5% de déformation présente quant à elle davantage de fissures longues que l'éprouvette sur-vieillie (Figure III.48). Toutefois ce résultat est à considérer avec précaution car le fût de l'éprouvette sur-vieillie est bien plus oxydé que celui de l'éprouvette de référence, ce qui a probablement masqué certaines fissures. De plus, il se peut que certaines fissures dénombrées dans l'état de référence ne soit que des joints de grains oxydés.

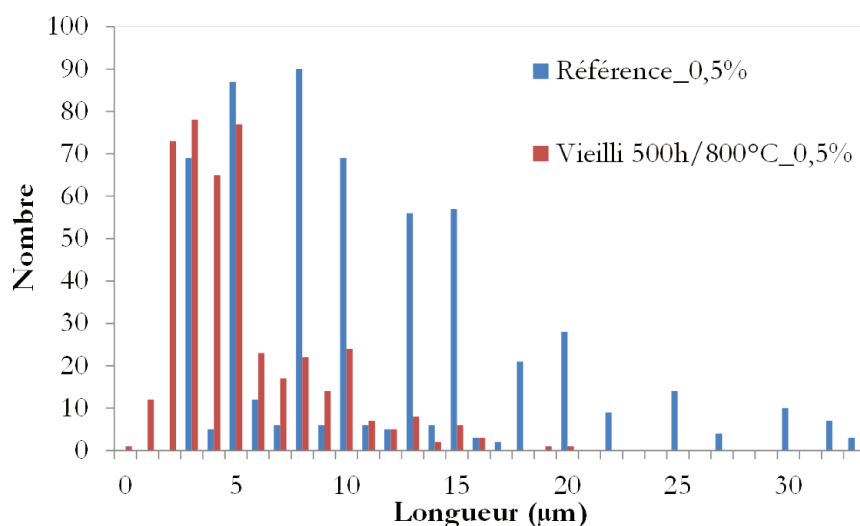


Figure III.48 – Densité linéique de fissures secondaires au centre des éprouvettes de référence et sur-vieillie 500h/800°C, déformées à 0,5% (fluage 700°C/800 MPa). Une fissure longue de 49 μm a été également observée dans l'état de référence.

De plus, les zones à grains fins texturés (Cf Chapitre I.1.4.b) sont visibles sur tous les

fûts des éprouvettes (Figure III.44). Ces zones ont la particularité de contenir beaucoup moins de fissures comparativement aux zones à gros grains, et ces fissures sont également moins longues et moins ouvertes. La figure III.49 illustre ce point au niveau d'une zone de transition gros grains/petits grains en prenant pour exemple le fût de l'éprouvette vieillie 500h/800°C et déformée jusqu'à 5%.

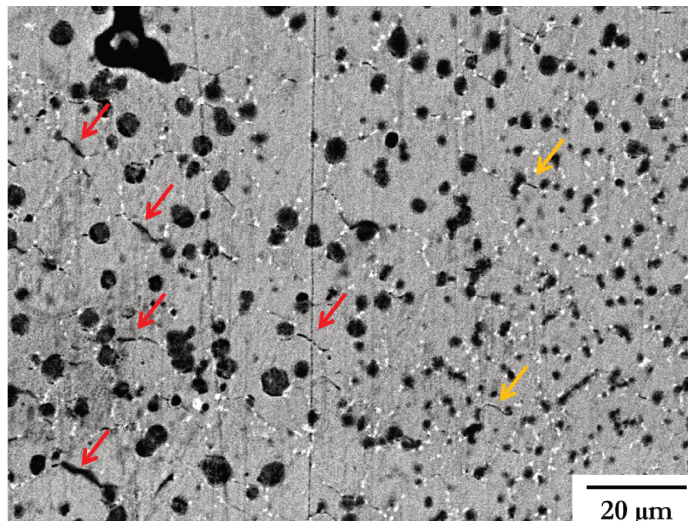


Figure III.49 – Fissures dans les zones à grains fins (flèches jaunes) et dans les zones à gros grains (flèches rouges) de l'éprouvette vieillie 500h/800°C et déformée en fluage à 700°C/800 MPa jusqu'à 5%.

Cette méthode a au moins permis de mettre en évidence la présence de pores de décohesion autour des précipités γ'_I et de fissures secondaires en plus grand nombre dans les zones à gros grains. Cependant, à cause des difficultés d'ordre technique et de sources d'erreurs multiples, elle ne peut qu'être qualitative et il n'est pas possible de déterminer avec certitude le rôle des particules TCP sur l'endommagement de l'alliage.

III.2.4.b Présentation des essais de fatigue-temps de maintien

Dans le paragraphe précédent, il a été démontré que les particules TCP impactent le comportement et probablement l'endommagement en fluage à 700°C. Il convient alors de vérifier s'il en est de même lorsque le matériau est sollicité en fatigue-temps de maintien à 700°C/850 MPa. Ainsi, l'introduction d'un temps de maintien couplé aux cycles de fatigue conduit-elle à un abattement des propriétés mécaniques de l'état vieilli 500h/800°C comparable à celui observé en fluage ?

Afin de mettre en évidence l'impact du temps de maintien à contrainte maximale sur l'état vieilli 500h/800°C (état contenant la plus grande fraction de phases TCP), des essais ont donc été réalisés sur cette matière avec 4 temps de maintien s'échelonnant entre 3 et 300 secondes. La Figure III.50 représente les courbes de fatigue-temps de maintien obtenues. Les vitesses minimales de déformation correspondantes sont tracées en fonction de l'allongement Figure III.51.

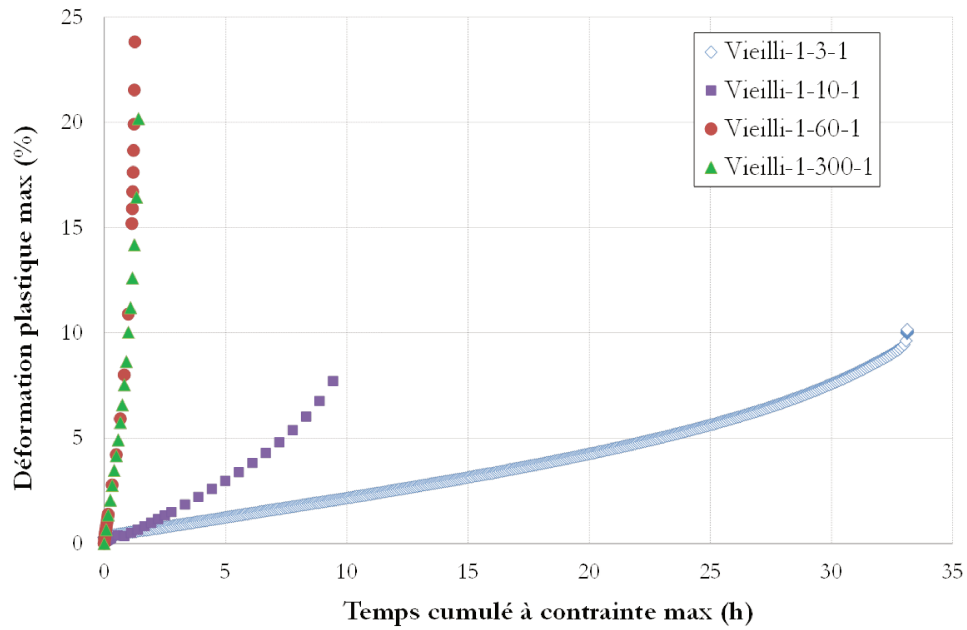


Figure III.50 – Impact du temps de maintien à contrainte maximale sur l'état sur-vieilli 500h à 800°C (conditions d'essais : 700°C/850MPa, $R=0,05$).

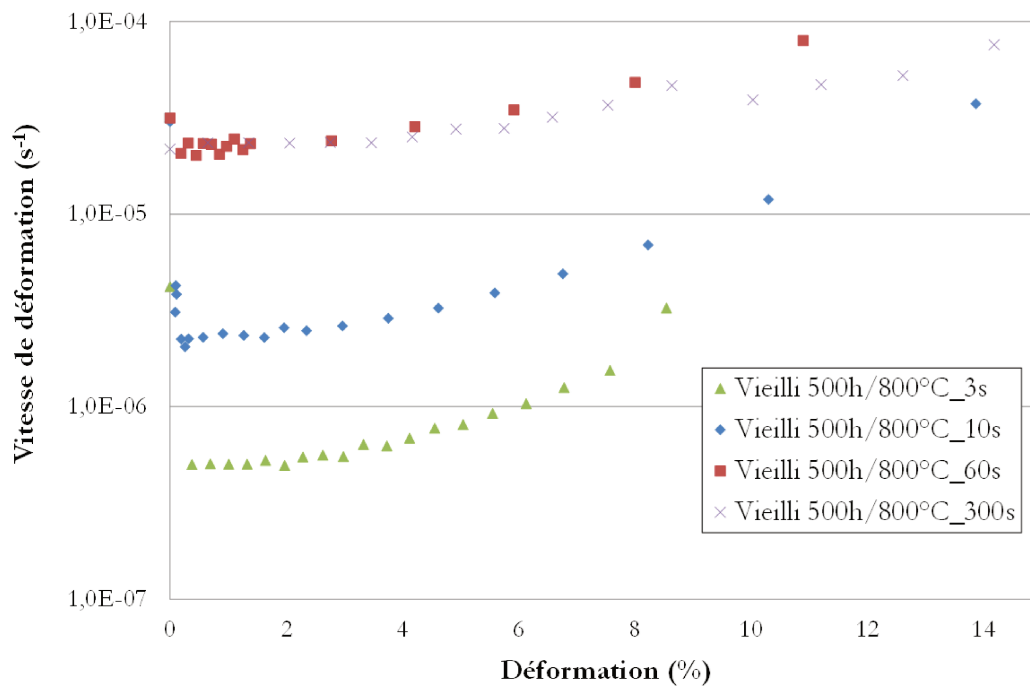


Figure III.51 – Impact du temps de maintien à contrainte maximale sur la vitesse minimale de déformation de l'état sur-vieilli 500h à 800°C (conditions d'essais : 700°C/850 MPa, $R=0,05$).

D'après les Figures III.50 et III.51, l'état sur-vieilli 500h/800°C apparaît également comme très sensible au temps de maintien Δt , comme ce qui avait été observé sur les autres états de la matière. En effet, les vitesses minimales de déformation sont d'autant plus élevées

que le temps de maintien est long. Toutefois, il ne semble pas y avoir de changement de mode de fluage en fonction du temps de maintien : après de très courts stades primaires et secondaires, la déformation augmente progressivement dès 1% de déformation environ. De plus, au delà-d'un temps de maintien de 60s, les vitesses minimales de déformation, les durées de vie ainsi que les allongements à rupture sont équivalents. Il semblerait alors qu'il existe une durée de palier seuil au-delà de laquelle ce dernier n'a plus d'impact supplémentaire sur le comportement et la durabilité du matériau sur-vieilli 500h à 800°C.

D'autre part, afin de mettre en exergue l'impact seul des particules TCP sur le comportement et la durabilité en fatigue-fluage à 700°C/850 MPa, les courbes de l'état sur-vieilli 500h/800°C ont été, dans un premier temps, mises en regard de celles précédemment établies sur la matière de référence et surtout de la matière traitée *subsolvus* puis refroidie 50°C/min ne contenant pas de particule TCP. La figure III.52 présente les courbes de fatigue-fluage de ces trois états de la matière pour un temps de maintien de 10 secondes. Puis, les vitesses de déformation correspondant à ces trois états de la matière ont été tracées en fonction de l'allongement pour des temps de maintien de 3s et 300s (Figure III.53).

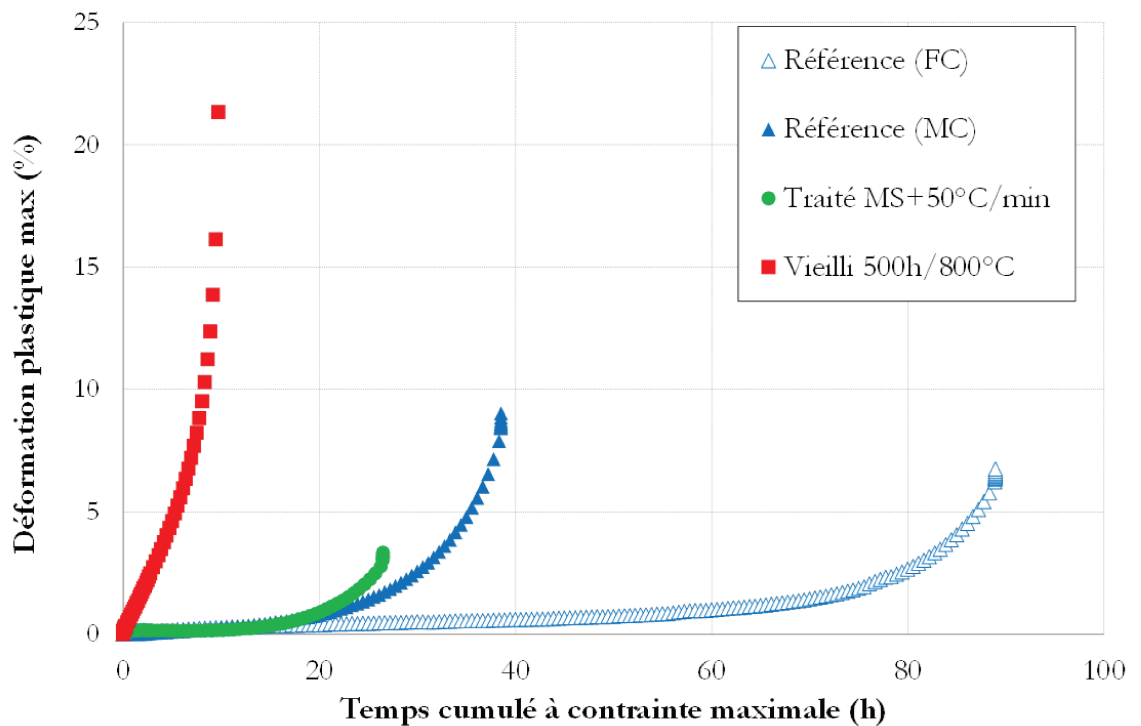


Figure III.52 – Impact des particules TCP sur le comportement et la durabilité en fatigue-temps de maintien à 700°C/850 MPa ($\Delta t=10s$).

Les données relatives à tous les essais de fatigue-fluage sont résumées dans le tableau III.10.

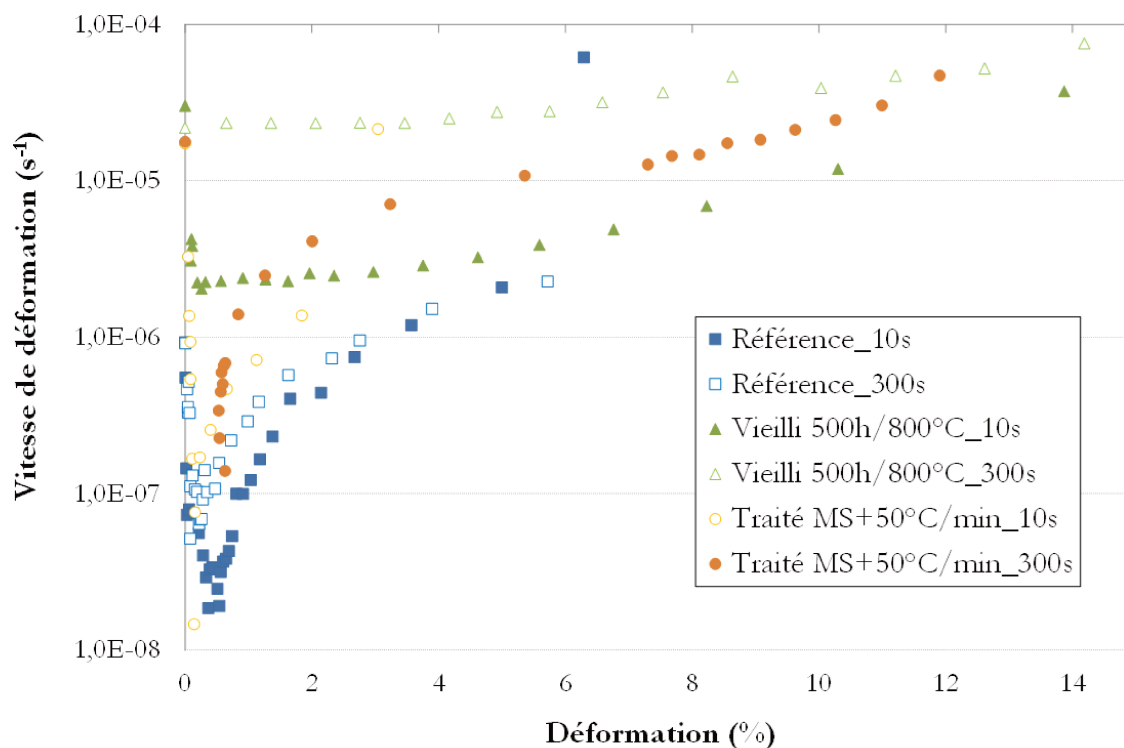


Figure III.53 – Impact des particules TCP sur la vitesse de déformation en fatigue-temps de maintien à 700°C/850 MPa.

Éprouvettes	TTh	Δt (s)	t_R (h)	A%	$\dot{\epsilon}_{min}$ (s ⁻¹)
Vieilli	500h/800°C	3	33,1	10,2	$5,0 \cdot 10^{-7}$
		10	9,4	7,7	$1,4 \cdot 10^{-6}$
		60	1,3	32,9	$2,0 \cdot 10^{-5}$
		300	1,5	46,3	$2,2 \cdot 10^{-5}$
Référence	-	1	297	4,8	$1,0 \cdot 10^{-8}$
	-	3	212	5,2	$8,0 \cdot 10^{-9}$
	-	10	39	9,0	$4,1 \cdot 10^{-8}$
	-	10	89	6,7	$1,9 \cdot 10^{-8}$
	-	60	70	10,0	$2,1 \cdot 10^{-8}$
	-	300	38	7,2	$5,2 \cdot 10^{-8}$
	-	3600	68	13,5	$2,5 \cdot 10^{-8}$
Traité	50°C/min	10	26,5	3,3	$1,5 \cdot 10^{-8}$
Traité	50°C/min	300	6,3	13,3	$1,4 \cdot 10^{-7}$

Tableau III.10 – Données relatives aux essais de fatigue-fluage sous air à 700°C/800 MPa des états vieillis, traités et de référence.

Ainsi, à temps de maintien égal, la présence de particules σ et μ dans l'éprouvette vieillie 500h à 800°C conduit à un abattement de la durée de vie d'un facteur 3 par rapport à l'état traité, ainsi qu'à une augmentation de la vitesse de déformation de deux décades.

L'allongement à rupture est également doublé après ce sur-vieillissement.

Par conséquent, le sur-vieillissement métallurgique de 500h à 800°C implique un abattement des propriétés de fatigue-temps de maintien qui ne résulte pas uniquement du grossissement des précipités γ' intragranulaires. Cet abattement est d'autant plus prononcé que le temps de maintien est long.

Les faciès de rupture des éprouvettes sur-vieillies et traitées pour des temps de maintien de 10s et 300s ont été observés (Figure III.54).

Deux constatations principales peuvent être faites :

- Pour un temps de maintien de 10s, les faciès de rupture des deux états sont sensiblement équivalents avec une zone d'amorçage principale en surface et une propagation de fissures transgranulaire.
- Pour un temps de maintien de 300s, le faciès de rupture de l'éprouvette sur-vieillie est complètement différent de celui de l'éprouvette traitée : la zone d'amorçage est difficile à localiser et tout le faciès est relativement plan. Ce type de faciès est différent de ce qui a été observé en fluage.

À même temps de maintien, les faciès de rupture de l'état de référence présentent une zone de propagation de fissures majoritairement intergranulaire. Par conséquent, le sur-vieillissement métallurgique semble impacter le mode de propagation de fissures. Cela pourrait provenir d'une modification de la chimie de l'alliage au niveau des joints de grains.

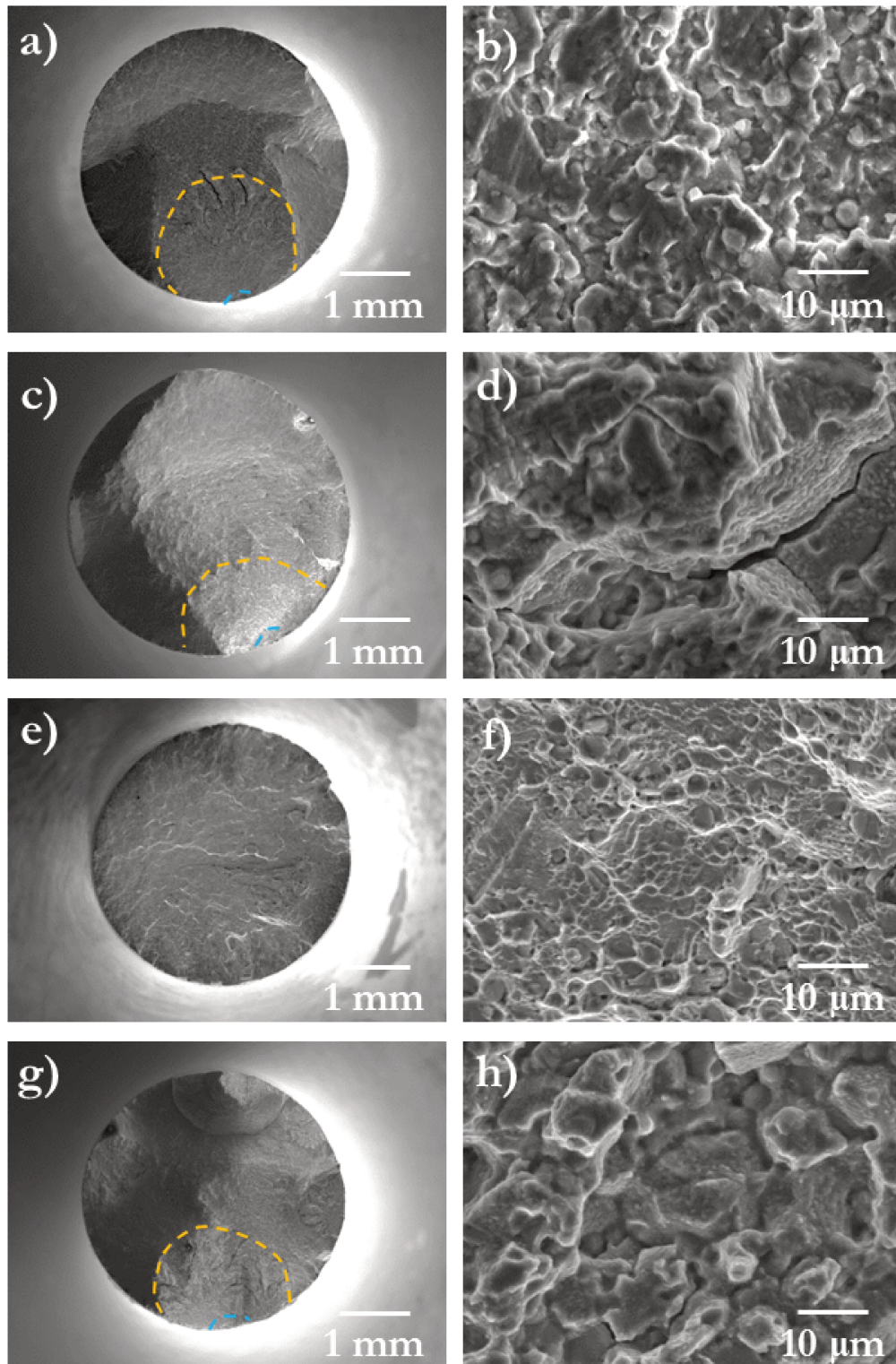


Figure III.54 – Faciès de rupture en fatigue-temps de maintien des éprouvettes vieilles 500h à 800°C pour des Δt de (a,b) 10s et (e,f) 300s et des éprouvettes traitées selon les Δt de (c,d) 10s et (g,h) 300s. Les images b, d, f et h présentent les zones de propagation proches de l'amorçage.

III.3 Discussion

La méthode mise en place pour dissocier l'impact de la croissance des précipités intragranulaires et de la précipitation de particules TCP sur les propriétés mécaniques a permis d'obtenir deux informations majeures. Tout d'abord, la précipitation intragranulaire influence le comportement et la durabilité en traction, fluage et fatigue-temps de maintien à 700°C. Ensuite, la précipitation de particules TCP au cours du sur-vieillissement thermique semble impacter à la fois l'endommagement mais aussi le comportement mécanique en fluage et en fatigue-temps de maintien à 700°C.

Ces deux derniers points sont repris et discutés dans ce paragraphe.

III.3.1 Impact des microstructures granulaire et de précipitation sur les propriétés mécaniques

Dans cette étude, les essais mécaniques ont été réalisés à 700°C sur des microstructures à grains fins exclusivement, dans lesquelles la précipitation intragranulaire est un paramètre influant sur les propriétés de l'alliage. Ces travaux ne sont pas focalisés sur l'étude d'une microstructure à gros grains. Toutefois, il convient de quantifier l'impact de la taille de grains sur les propriétés mécaniques en fluage dans un premier temps, et en fatigue-temps de maintien dans un second temps, afin d'évaluer à quel point ce paramètre influe comparativement à la précipitation intragranulaire.

Trois essais de fluage ont ainsi été réalisés sur de la matière traitée *supersolvus* 1120°C pendant 4 heures puis refroidie à 10°C/min, à 360°C/min (trempe air) et à 7120°C/min (trempe huile). Ces trois éprouvettes présentent une microstructure à gros grains (taille moyenne $\sim 300 \mu\text{m}$) avec différentes précipitations intragranulaires. Les vitesses minimales de fluage de ces trois essais sont très proches des vitesses obtenues dans la matière de référence traitée *subsolvus* (Tableau III.11) en bon accord avec les résultats de Thébaud *et al.* obtenus sur l'AD730TM [Thébaud *et al.*, 2015]. Les courbes de ces essais sont détaillées en Annexe B.

Mise en solution	\dot{T}_c (°C/min)	$\dot{\epsilon}_{min}$ (s ⁻¹)
1120°C/4h	10	4,3.10 ⁻⁷
1080°C/4h	10	7,1.10 ⁻⁷
1120°C/4h	357	2,8.10 ⁻⁸
1080°C/4h	357	6,9.10 ⁻⁸
1120°C/4h	7123	1,4.10 ⁻⁸
1080°C/4h	7123	2,0.10 ⁻⁸

Tableau III.11 – Vitesses minimales de fluage sous air à 700°C/800 MPa de la microstructure "gros grains" comparée à la microstructure à grains fins.

La Figure III.55 met en regard les vitesses minimales de fluage des éprouvettes traitées *supersolvus* avec celles précédemment mesurées sur la structure à grains fins. Ces vitesses étant du même ordre de grandeur, les essais sur la matière "gros grains" sont équivalents aux essais réalisés sur la matière de référence.

Par conséquent, à 700°C/800 MPa, **la précipitation intragranulaire est le paramètre qui gouverne à l'ordre 1 la vitesse minimale de déformation en fluage du René 65.**

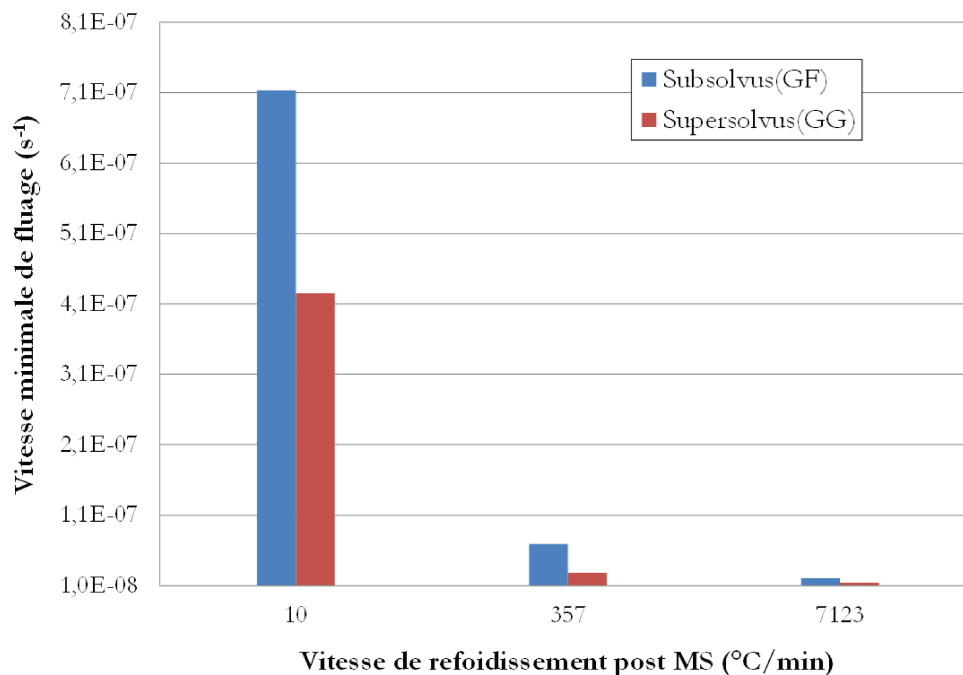


Figure III.55 – Comparaison des vitesses de fluage minimales en fonction de la structure granulaire et des vitesses de refroidissement post MS.

De plus, les essais réalisés sur différentes microstructures de précipitation intragranulaires après une mise en solution *subsolvus* montrent que plus la précipitation intragranulaire est fine, plus la vitesse de déformation minimale de fluage est faible (cf Figure III.27).

Afin de mettre en exergue l'impact de la taille des précipités γ'_{II} sur le comportement en fluage à 700°C, la vitesse minimale de fluage est tracée Figure III.56 en fonction du diamètre moyen des précipités γ'_{II} mesuré après essai dans les têtes d'éprouvettes. Malgré une certaine dispersion des résultats, il est clairement observé une augmentation de la vitesse minimale de fluage de plus d'une décade avec l'augmentation du diamètre des précipités γ'_{II} de 20-40 nm à 160 nm. Cette dépendance de la vitesse minimale en fluage à 700°C/800 MPa à la taille et à la fraction des γ' intragranulaires laisse penser que le mécanisme de déformation majoritaire pourrait être associé au glissement de dislocations isolées dans la matrice avec contournement d'Orowan [Bhowal *et al.*, 1990].

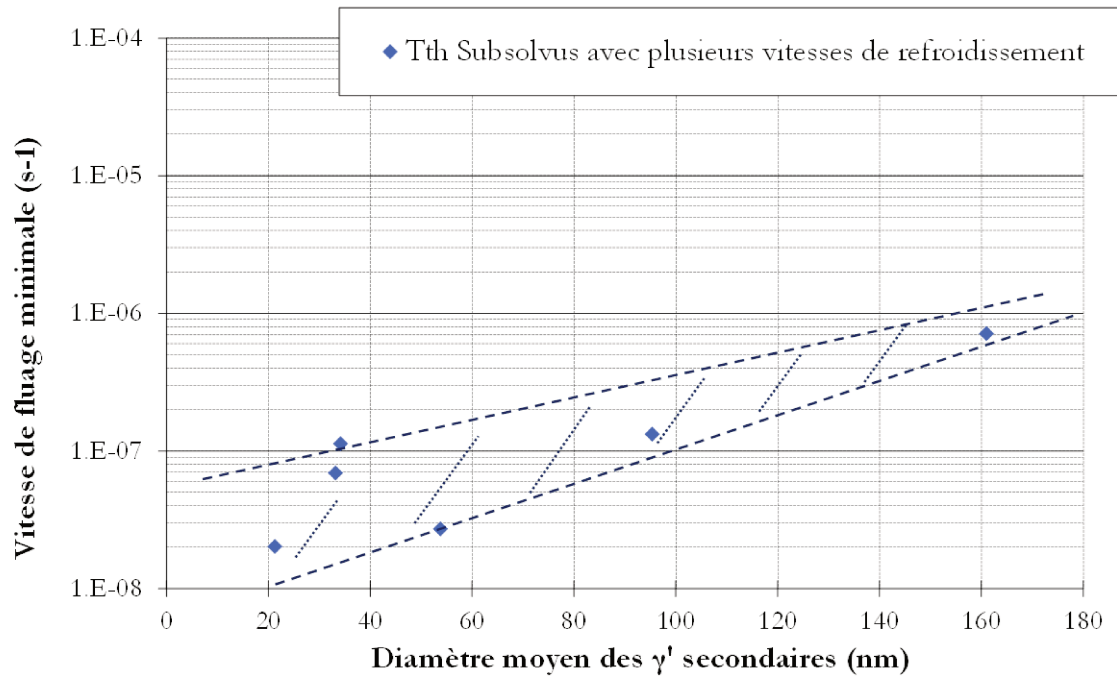


Figure III.56 – Impact de la taille des précipités γ'_{II} sur la vitesse minimale de fluage à 700°C/800 MPa.

La Figure III.57 reporte les mêmes données exprimées en fonction de la contrainte d'Orowan, qui est directement fonction de la fraction des précipités γ' .

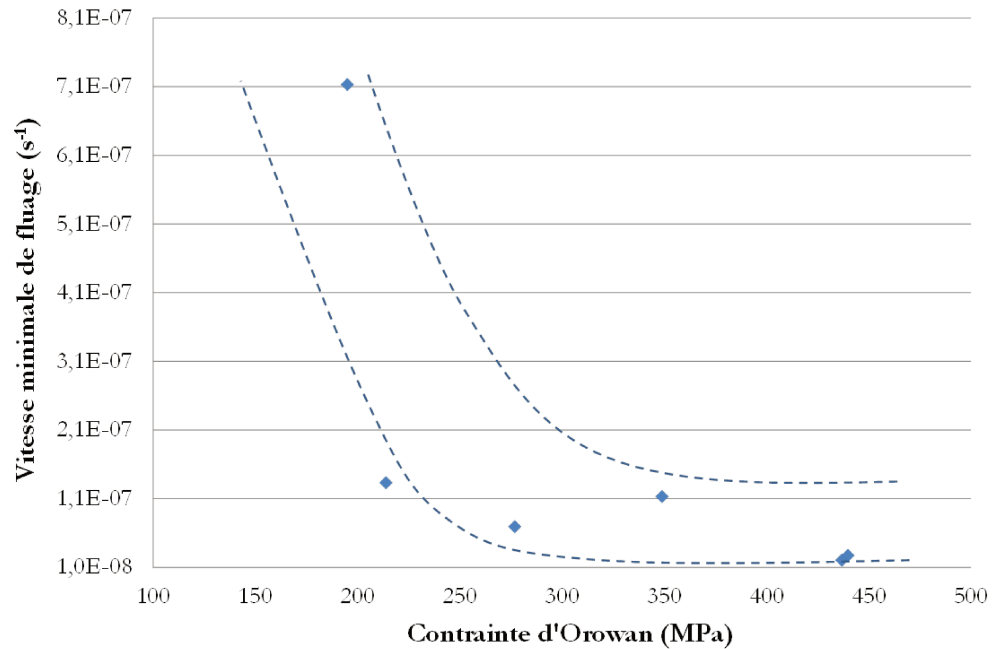


Figure III.57 – Impact de la taille des précipités intragranulaires et de la distance inter-précipités sur la vitesse minimale de fluage à 700°C au travers du calcul de la contrainte d'Orowan.

Ainsi, la taille des précipités γ'_{II} est un paramètre microstructural majeur en fluage à 700°C. Toutefois, il est essentiel également de prendre en compte la taille des précipités γ'_{III} et la

distance inter-précipités dans la mesure où ces paramètres impactent également la vitesse minimale de fluage.

Il est par exemple intéressant de comparer les courbes de fluage de l'état de référence dans les deux zones de prélèvement et l'éprouvette trempée à l'air (cf Figure III.26). Les deux éprouvettes de référence possèdent des tailles de précipités γ'_{II} et γ'_{III} relativement similaires, mais avec des distances interprécipités différentes conduisant à des contraintes d'Orowan différentes (cf tableau III.4). L'éprouvette trempée à l'air présente quant à elle une contrainte d'Orowan plus faible. Par conséquent, le mécanisme par contournement des précipités devrait être davantage retardé dans les éprouvettes de référence puisqu'elles présentent des contraintes d'Orowan plus élevées que dans l'éprouvette trempée à l'air. Or, partant du principe que la déformation induite par le mouvement des dislocations parfaites est plus importante que lorsqu'il résulte de processus de cisaillement, il est alors surprenant de constater que la vitesse de déformation ainsi que l'allongement à rupture de l'éprouvette de référence issue de la zone intérieure de la couronne sont plus élevés que dans l'éprouvette trempée à l'air. De même, il est surprenant de constater que la vitesse de déformation de l'éprouvette de référence issue de la partie extérieure de la couronne est équivalente à celle de l'éprouvette trempée à l'air alors que les contraintes d'Orowan ainsi que les tailles des précipités sont différentes.

Ce phénomène met en évidence la complexité des mécanismes de déformation dans les microstructures bimodales. Billot *et al.* ont constaté le même phénomène dans l'U720Li [Billot, 2010], et ont également montré que des différences de mécanismes de déformation à cœur et aux joints de grains, dues à des zones dénuées en précipités, sont également responsables de l'augmentation de l'allongement à rupture dans la structure granulaire bimodale de l'U720Li.

Or, les éprouvettes de référence utilisées dans la présente étude présentent également des zones dénuées de précipités γ'_{II} le long des joints de grains notamment (Figure III.58).

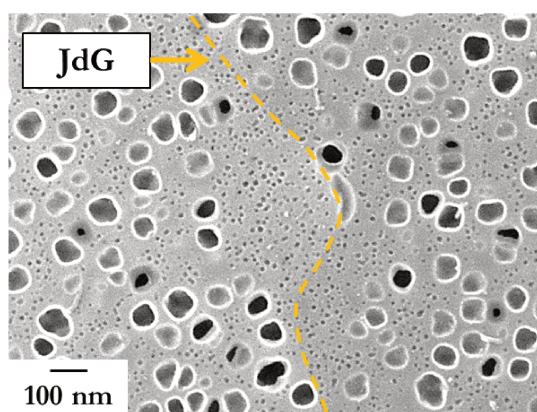


Figure III.58 – Joint de grains ("JdG" sur la figure) dénué en précipités γ'_{II} dans la matière de référence (éprouvette issue de la zone de prélèvement extérieure).

Ces éprouvettes présentent un allongement à rupture nettement plus élevé que l'éprouvette trempée à l'air dans laquelle la structure de précipitation est pourtant similaire. Il est alors

possible que les mécanismes de déformation à cœur et aux joints de grains soient différents.

Afin de savoir dans quelle mesure la taille de grains impacte les propriétés en fatigue-temps de maintien, des essais ont également été réalisés sur trois éprouvettes traitées *supersolvus* 1120°C pendant 4 heures puis trempées à l'air. Ces éprouvettes ont subi ensuite un double revenu de 800°C/4h/trempe air + 760°C/16h/ trempe air, davantage adapté aux microstructures à gros grains, leur conférant la même structure de précipitation intragranulaire.

Ces trois éprouvettes ont été testées à 700°C/850 MPa à des temps de maintien de 1s, 10s et 300s. Les caractéristiques de ces essais sont résumées dans le tableau B.2. Les courbes de ces essais sont détaillées en Annexe B.

Δt (s)	N_R	t (h)	A%	$\dot{\epsilon}_{min}$ (s ⁻¹)
1	12286	3,4	0,4	$6,9 \cdot 10^{-9}$
10	9543	26,5	0,46	$7,2 \cdot 10^{-9}$
300	1426	118,8	1,7	$3,3 \cdot 10^{-9}$

Tableau III.12 – Données relatives aux essais de fluage sous air à 700°C/800 MPa des états traités *supersolvus*

D'après le tableau B.2, plus le temps de maintien Δt augmente, plus la durée de vie et l'allongement à rupture augmentent. Cette tendance est alors contraire à celle observée sur l'état de référence traité *subsolvus* (cf Figure III.30). Cela met en évidence les fortes interactions entre les sollicitations de type fatigue et de type fluage. Il aurait été intéressant de comparer ces résultats avec ceux d'une référence en fluage sur un état traité *supersolvus*, afin de savoir si la phase de décharge mécanique à chaque cycle est bénéfique à la durée de vie du matériau. En effet, il a déjà été observé sur l'AD730TM que la durée de vie en fatigue-temps de maintien sur une microstructure à gros grains peut être supérieure à celle en fluage pure pour ces mêmes conditions de sollicitation [Thébaud *et al.*, 2015]. Ces travaux montrent qu'un effet Bauehinger participe de cet effet positif.

Afin de mettre en exergue l'impact de la taille de grains sur la durabilité en fatigue-temps de maintien, les nombres de cycles à rupture de ces trois essais ont été reportés sur la Figure III.59 précédemment établie sur la matière de référence (traitée *subsolvus*). Pour un temps de maintien d'1 seconde, le nombre de cycles à rupture pour la matière *supersolvus* est une décade plus faible que pour la matière de référence. Toutefois, cet écart diminue lorsque le temps de maintien augmente, et une tendance semble montrer qu'au-delà d'un certain temps de maintien (proche de 100s), une inversion pourrait se produire : la matière traitée *supersolvus* pourrait avoir une meilleure résistance lors d'essais de fatigue-temps de maintien que la matière de référence, ce qui serait en accord avec certains éléments de la littérature [Jain *et al.*, 2000] [Thébaud *et al.*, 2015]. Il aurait été particulièrement intéressant de réaliser un essai sur la matière traitée *supersolvus* avec un Δt d'au moins 3600s pour confirmer cette tendance. Il se peut ainsi qu'il existe une condition de temps de maintien

pour laquelle un changement des mécanismes de déformation ait lieu.

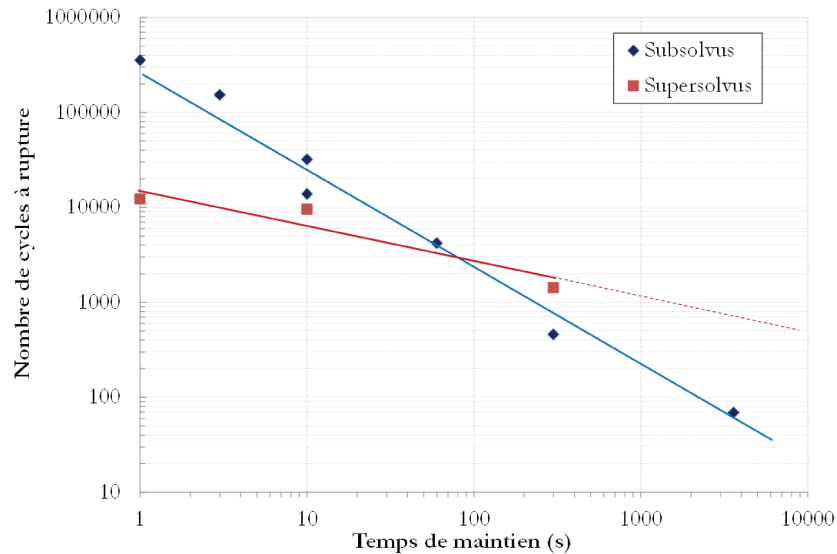


Figure III.59 – Impact de la taille de grain sur le nombre de cycles à rupture en fatigue-temps de maintien à 700°C/850 MPa

D'autre part, il a été montré que la précipitation intragranulaire impacte également le comportement en fatigue-temps de maintien. En effet, plus la précipitation intragranulaire est fine, plus la vitesse de déformation ainsi que l'allongement à rupture diminuent, ce qui contribue à l'augmentation de la durée de vie du matériau (cf Figure III.34). Cet effet est mieux mis en évidence en représentant le nombre de cycles à rupture en échelle logarithmique en fonction du temps de maintien des essais réalisés sur l'état de référence et traité 1080°C/4h puis refroidi 50°C/min (Figure III.60).

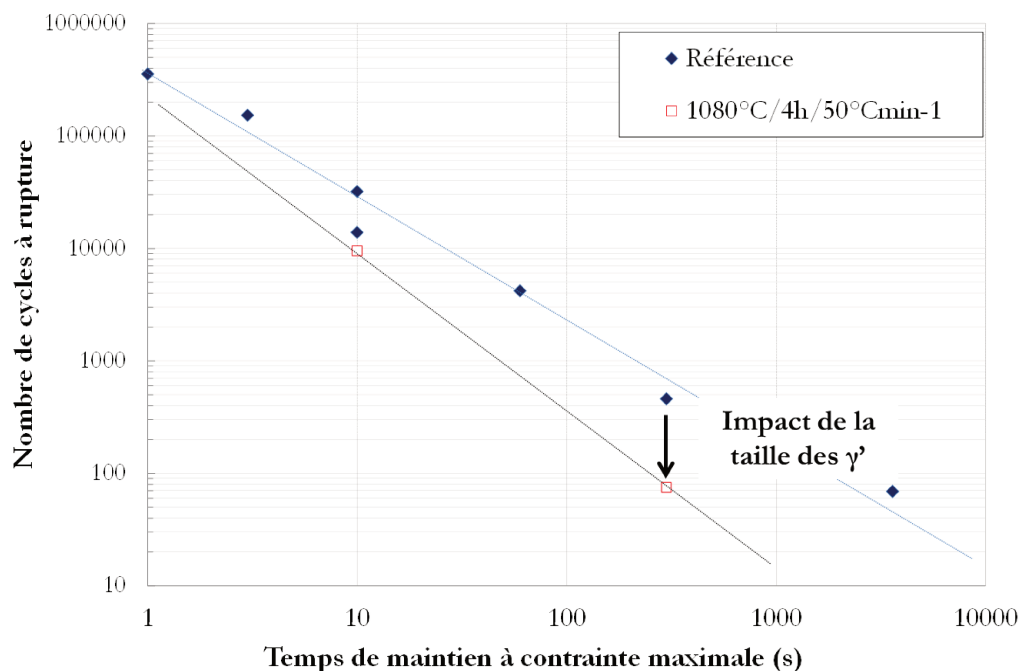


Figure III.60 – Impact du temps de maintien et de la taille des précipités γ'_{II} à 700°C/850 MPa sur le nombre de cycles à rupture.

D'après la Figure III.60, l'influence de la précipitation intragranulaire est d'autant plus marquée que le temps de maintien à contrainte maximale augmente. Par conséquent, **la précipitation intragranulaire impacte prioritairement la résistance du matériau à 700°C (850 MPa) lorsque les processus liés à la viscoplasticité sont activés.**

Cet effet concerne à la fois la composante viscoplastique des mécanismes de déformation, mais aussi des mécanismes d'endommagement puisque la propagation de fissures évolue avec le temps de maintien (cf paragraphe III.2.3.a).

III.3.2 Impact des particules TCP sur les propriétés mécaniques

Précédemment, il a été montré que les particules TCP semblent conduire à une augmentation significative de la vitesse de déformation ainsi que de l'allongement à rupture en fluage, provoquant un abattement de la durée de vie d'un facteur 4 (cf Figure III.37).

Afin de mettre en évidence l'impact des particules TCP sur le comportement en fluage à 700°C, les données correspondantes aux états sur-vieillis ont été reportées sur la figure précédemment établie représentant les vitesses minimales de déformation en fonction du diamètre moyen des précipités γ'_{II} .

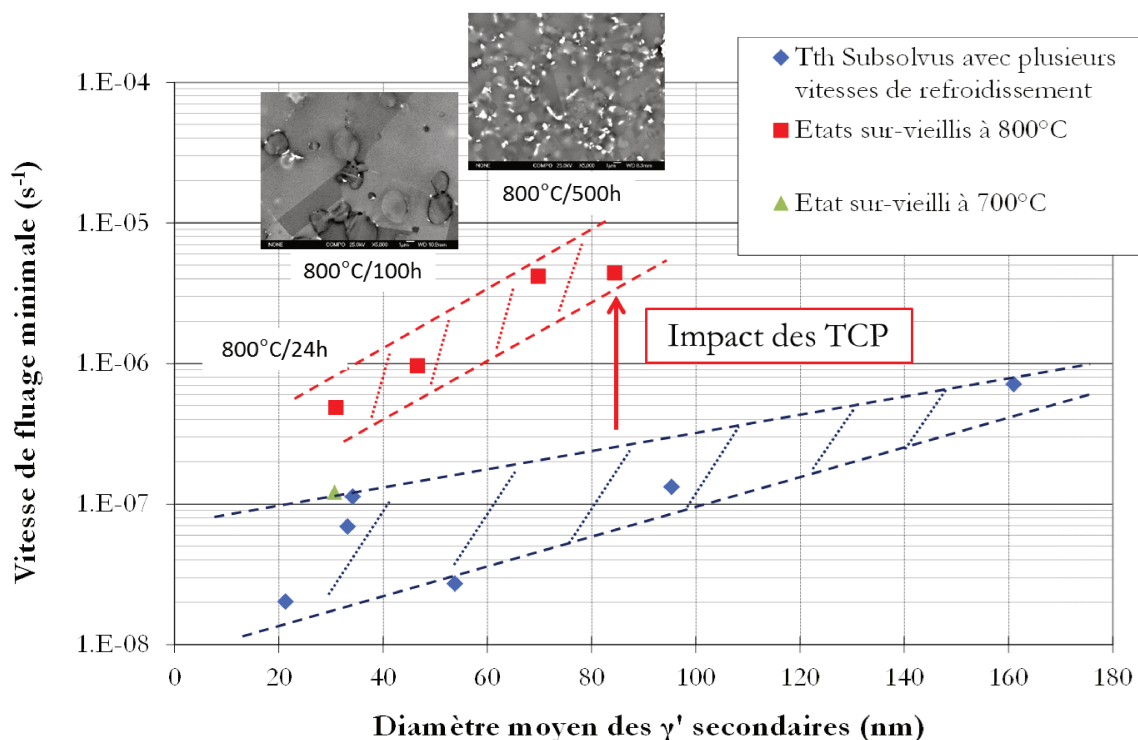


Figure III.61 – Impact du temps de sur-vieillissement à 800°C sur la vitesse minimale de fluage à 700°C/800 MPa.

D'après la figure III.61, **la présence de phases σ et μ augmente d'au moins une décade la vitesse de fluage par rapport à l'état de référence.** Cet effet est d'autant plus marqué que la fraction des particules est élevée. Enfin, le sur-vieillissement de 4000h/700°C n'impacte

pas outre mesure la vitesse de fluage. Par conséquent, l'augmentation légère de ductilité causée par ce sur-vieillissement proviendrait uniquement de la taille des γ'_{II} .

La représentation de la vitesse minimale de fluage en fonction du diamètre moyen des précipités γ'_{II} illustrée par la figure III.61 masque cependant la présence des précipités γ'_{III} observés dans l'état traité par exemple. Or d'après la littérature, le rôle de ces derniers sur les propriétés mécaniques des superalliages n'est pas négligeable (cf paragraphe III.1.3). La figure III.62 apporte alors cette subtilité complémentaire. Pour des diamètres de précipités γ'_{II} inférieurs à 50 nm environ, aucun précipités γ'_{III} n'a été observé dans les éprouvettes académiques puisque ces dernières ont été obtenues en réalisant des refroidissements post mise en solution rapides ($\dot{T}_c < 40^\circ\text{C}/\text{min}$). En revanche, pour des diamètres de précipités γ'_{II} supérieurs à 50 nm, de fins précipités γ'_{III} ont été observés dans les éprouvettes académiques réalisées avec des vitesses de refroidissement post MS intermédiaires voire très lentes.

D'après la figure III.62, il est clairement mis en évidence le rôle *seul* des particules TCP sur la durabilité et sur le comportement en fluage à $700^\circ\text{C}/800\text{ MPa}$ dans le domaine ne contenant pas de précipités γ'_{III} . Dans le domaine où ces derniers ont été observés, une action combinée des particules TCP et de ces fins précipités γ'_{III} sur la réponse mécanique du René 65 serait probable.

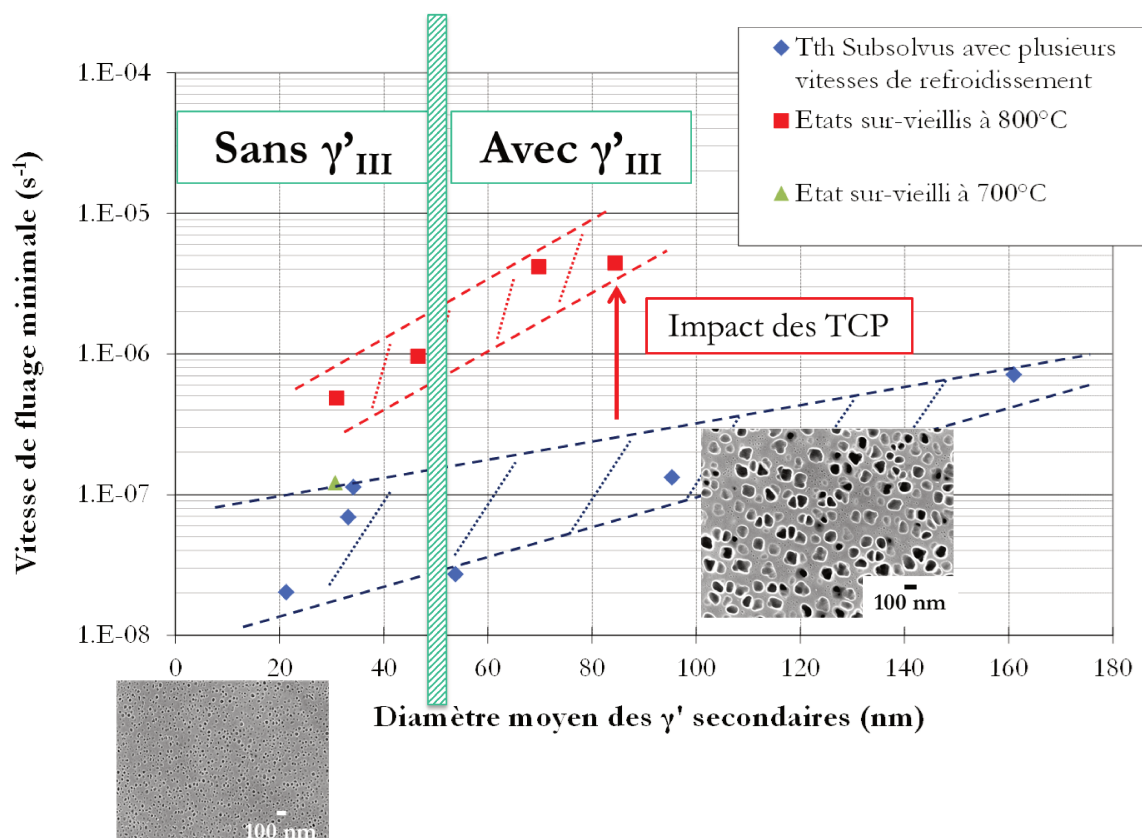


Figure III.62 – Impact seul du sur-vieillissement à 800°C sur la vitesse minimale de fluage à $700^\circ\text{C}/800\text{ MPa}$ pour des diamètres moyens de précipités inférieurs à 50 nm environ.

De plus, la présence de particules TCP s'avère être néfaste pour la durabilité en fatigue-temps de maintien. Ce phénomène est clairement mis en évidence en reportant les données des essais de la matière de référence et de la matière traitée 1080°C/4h puis refroidie 50°C/min sur la Figure III.63.

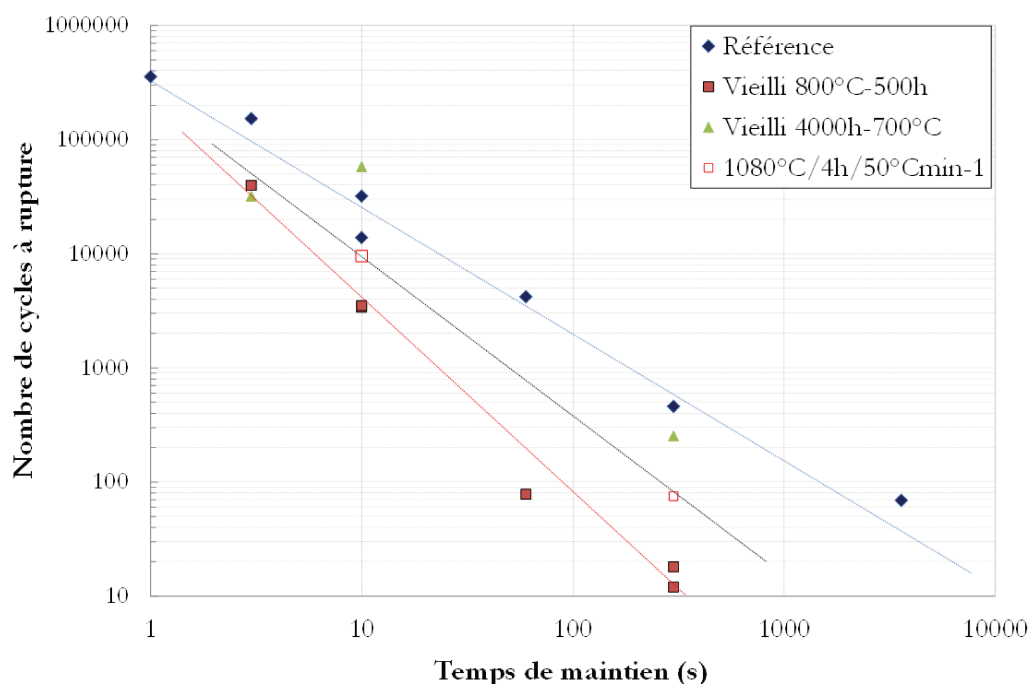


Figure III.63 – Impact du sur-veillissement métallurgique de 4000h à 700°C et de 500h à 800°C sur le nombre de cycles à rupture en fatigue-temps de maintien en fonction du temps de maintien à 700°C/850 MPa.

En comparant les résultats obtenus sur la matière sur-veillée aux résultats de la matière traitée *subsolvus*, la présence de particules TCP semble abaisser d'autant plus le nombre de cycles à rupture que le temps de maintien à contrainte maximale augmente.

Enfin, des éprouvettes sur-veillées 4000h à 700°C – conduisant à la précipitation de phase σ – ont également été testées pour ces mêmes conditions de sollicitation. D'après la figure III.63 la présence en très faible quantité de phase σ ne semble pas affecter outre mesure le nombre de cycles à rupture, confirmant que ce sur-veillissement n'a que peu de conséquence sur les propriétés en fatigue-fluage à 700°C.

Il a également été montré que la présence de particules TCP aux joints de grains conduit à une augmentation significative de la vitesse minimale de déformation, signifiant que leur présence aurait un impact sur le comportement en fatigue-fluage à 700°C/850 MPa. En effet, la Figure III.64 montre l'évolution des vitesses minimales de déformation en fonction du temps de maintien pour les états de la matière sur-veillée 500h à 800°C, traitée et de référence.

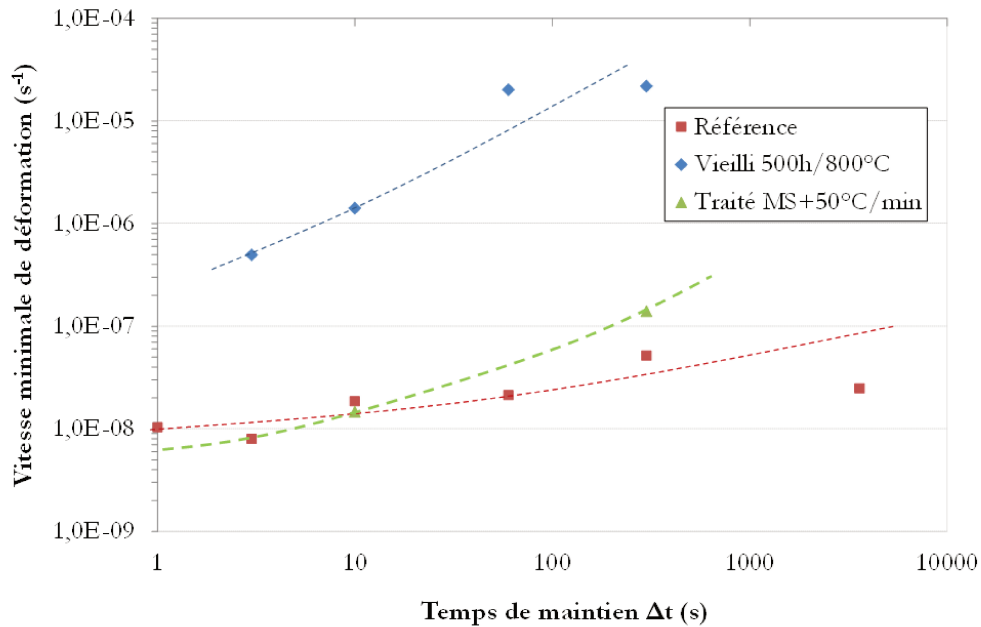


Figure III.64 – Impact de la présence des particules TCP sur la vitesse minimale de déformation en fonction du Δt à 700°C/850 MPa.

Afin de mieux comprendre le rôle des particules TCP sur le comportement en fatigue-temps de maintien, il est intéressant de comparer ces résultats avec ceux obtenus avec un alliage stable vis-à-vis de la précipitation de phases TCP tel que l'U720Li. Les données issues des travaux de Billot sur des essais de fatigue-temps de maintien à 700°C/800 MPa peuvent être comparés à ceux obtenus à 850 MPa dans cette étude, en normant le nombre de cycles à rupture par rapport au nombre de cycles en fatigue pure [Billot, 2010]. À partir de la Figure III.63, le nombre de cycles à rupture en fatigue pure de l'état sur-vieilli peut être extrapolé, ce qui donnerait un nombre de cycles à rupture quasi équivalent à celui de l'état de référence.

Ainsi, la figure III.65 regroupe les données relatives à ces essais. Bien que la structure hétérogène de l'U720Li considéré ici présente un squelette granulaire plus grand en moyenne que celui du René 65 que nous avons étudié, il en reste néanmoins comparable grâce à la présence de bandes de grains fins (de 40-60 μm) jalonnant des zones à gros grains (de 125-500 μm). D'après la Figure III.65, les nombres de cycles à rupture en fonction du temps de maintien de l'U720Li sont équivalents à ceux du René 65. Ce résultat paraît étonnant de prime abord. Or, il a été montré dans les travaux de Billot que le comportement ainsi que la durée de vie sont contrôlés par le glissement intergranulaire dans les zones à petits grains dans lesquelles la densité de joints de grains est la plus grande. Ainsi, le René 65 et l'Udimet 720Li, en structure granulaire bimodale, présentent une sensibilité au temps de maintien similaire.

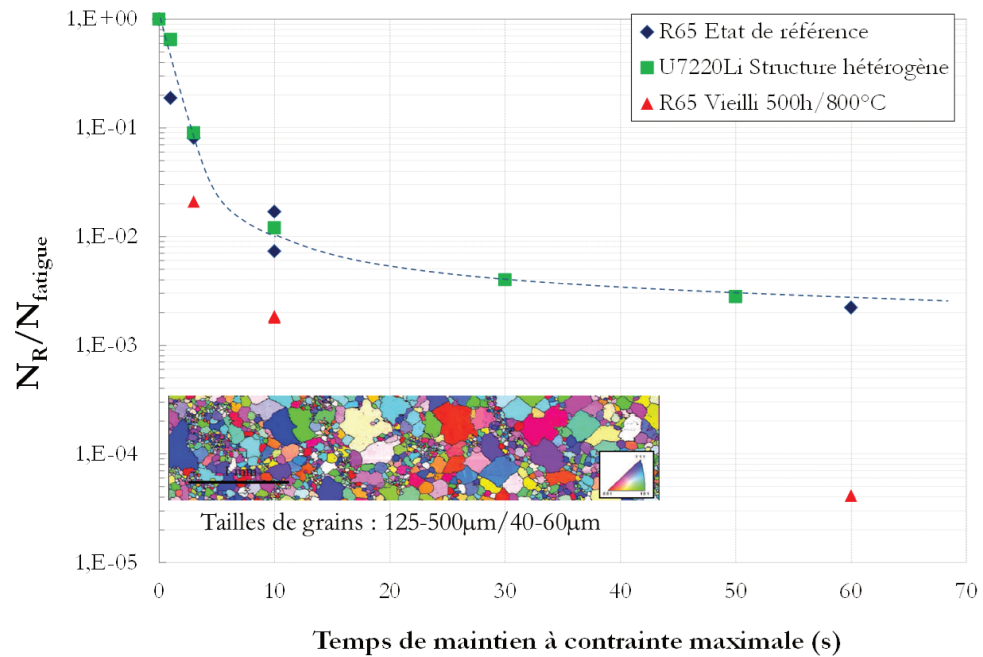


Figure III.65 – Comparaison de l’impact du temps de maintien sur le nombre de cycle à rupture entre le René 65 et l’U720Li Structure hétérogène : Mise en évidence de la contribution des joints de grains sur la déformation [Billot, 2010].

Néanmoins, on observe clairement sur cette figure que l’état sur-vieilli se détache de la tendance établie avec les alliages non vieillis. Cela amène donc à considérer le rôle des joints de grains vis-à-vis du comportement du René 65 en fatigue-fluage à 700°C, et à se poser la question de savoir si les particules TCP aux joints de grains et autour des précipités γ'_I perturbent les mécanismes de déformation.

En conclusion, les résultats en fluage et en fatigue-temps de maintien à 700°C montrent que **les particules σ et μ présentes dans l’état vieilli 500h/800°C influencent de manière significative le comportement viscoplastique du matériau à 700°C.**

À notre connaissance, c’est la première fois que des particules TCP (précipitant au cours d’un sur-vieillisement statique avant essai) sont identifiées comme impactant le comportement en fluage et en fatigue-temps de maintien d’un superalliage, et ce, immédiatement au début des essais.

En effet, d’après la littérature, les quelques études menées sur des superalliages base nickel monocristallins ont montré que la morphologie des particules TCP ainsi que leurs fractions volumiques ont un effet sur la durée de vie en fluage notamment, à hautes températures [Simonetti et Caron, 1998] [Sugui *et al.*, 2010]. D’après ces études, la phase μ se présente sous forme d’aiguilles lorsqu’elle est en faible concentration. Au cours d’un essai de fluage, la concentration de contrainte au niveau de ces aiguilles devient telle que ces particules favorisent l’amorçage et la propagation de fissures, conduisant à un abattement de la durée de vie. En plus grande concentration, la phase μ est présente cette fois sous forme globulaire et perturbe la régularité de la mise en radeaux. Le déplacement des dislocations

dans la matrice est alors facilitée, ce qui diminue la résistance en fluage [Simonetti et Caron, 1998] [Sugui *et al.*, 2010] [Le Graverend *et al.*, 2011].

De plus, une récente étude a montré que la présence de particules σ et μ dans un superalliage polycristallin accélèrent la propagation de fissures car ces particules TCP, ainsi que les précipités γ' ayant grossi, diminuent conjointement les effets de fermeture et protecteurs en pointe de fissure [Wang *et al.*, 2013].

Ainsi, d'après la littérature, ces particules sont davantage connues pour agir sur l'endommagement des superalliages base nickel. Plusieurs auteurs s'accordent à dire qu'il existerait deux mécanismes d'endommagement liés à la présence de particules TCP. Le premier mécanisme proviendrait de la nature fragile de ces particules, qui agiraient comme obstacle au mouvement des dislocations, conduisant à des décohésions d'interface et à l'amorçage de fissures [Simonetti et Caron, 1998] [Sugui *et al.*, 2010]. Le second mécanisme fait plutôt référence à l'adoucissement de la matrice, puisque ces particules précipitent en "pompe" les éléments durcissants de la matrice (W, Re, Mo, Cr, Co) [Chen *et al.*, 2002] [Rae *et al.*, 2005] [Kong et Chen, 2004].

Dans notre étude, l'observation des fûts des éprouvettes sollicitées en fluage a révélé l'existence de fissures secondaires exclusivement intergranulaires, ainsi que de nombreuses décohésions au niveau des précipités γ'_I . Ce résultat laisse à penser que le mécanisme d'endommagement lié à la présence de particules TCP proviendrait de la nature fragile de ces dernières. En revanche, cela n'exclue pas que la précipitation de ces phases perturbe localement la chimie de la matrice, surtout au niveau des joints de grains. Ceci sera discuté dans le chapitre suivant.

III.4 Synthèse

Grâce à la méthode établie et détaillée au Chapitre II, nous avons réussi à dissocier les effets du sur-vieillissement – à savoir la croissance des précipités γ'_{II} et la précipitation de phases TCP – sur les propriétés en fluage et en fatigue-temps de maintien à 700°C.

L'impact de la précipitation intragranulaire sur le comportement et l'endommagement en fluage et en fatigue-fluage à 700°C est un phénomène déjà bien connu dans les superalliages. **Plus la précipitation intragranulaire est fine et homogène dans tous les grains, meilleures seront les propriétés mécaniques à 700°C.** En effet, plus les précipités γ' intragranulaires seront petits, plus la contrainte d'Orowan sera élevée et plus les dislocations de la matrice vont être freinées. Cela se traduit alors par une vitesse de déformation et un allongement à rupture faibles. Nous avons également constaté que, dans ce cas, la contribution des joints de grains est d'autant plus grande sur les mécanismes d'endommagement : l'observation des faciès de rupture en fluage révèle que les premiers stades de propagation des fissures sont clairement intergranulaires.

D'autre part, **nous avons réussi à mettre en évidence le fait que l'abatement de la résistance de l'alliage après sur-vieillissement ne résulte pas uniquement de la croissance des précipités γ' intragranulaires.** En effet, la précipitation aux joints de grains des phases TCP et autour des précipités γ'_I conduit à un abatement de la durée de vie, mais aussi à une augmentation immédiate de la vitesse de déformation et de l'allongement à rupture. L'impact des phases TCP est d'autant plus marqué que le temps de maintien à contrainte maximale en fatigue-fluage est long, ce qui prouve le rôle des particules TCP sur le comportement viscoplastique du René 65.

À notre connaissance, c'est la première fois que des conséquences intrinsèques à la formation de particules TCP sur le comportement mécanique et la résistance d'un superalliage sont mis en évidence. Par conséquent, il est essentiel de comprendre en quoi ces particules agissent sur les mécanismes de déformation en premier lieu. Ainsi plusieurs hypothèses peuvent-être proposées :

- Les particules TCP agissent comme des sources de dislocations.
- Les mécanismes de déformation avoisinant ces particules et les joints de grains diffèrent de ceux à cœur de grains.
- Les vitesses de déformation sont localement augmentées aux alentours de ces particules du fait d'une modification trop conséquente de la chimie de la matrice.

De plus, l'observation des fûts d'éprouvettes vieilles et sollicitées en fluage ont permis de constater la présence de nombreuses décohésions aux interfaces des γ'_I et de la matrice, ainsi que des fissures secondaires toujours intergranulaires. Ces décohésions et fissures intergranulaires étaient également présentes dans l'état de référence mais la présence de phases TCP peut affecter leur nombre.

Est-ce la nature fragile des particules ou la perturbation locale de la chimie induite par leur précipitation qui conduit à une augmentation des décohésions aux interfaces γ/γ'_I ?

La comparaison des résultats de fatigue-fluage avec ceux obtenus sur l'U720Li nous amène également à considérer le rôle des joints de grains vis-à-vis de l'endommagement. En effet, dans un premier temps, une question d'ordre métallurgique reste en suspens : *pourquoi les phases TCP précipitent-elles préférentiellement aux joints de grains et autour des γ'_1 ? Se peut-il qu'il y ait une action combinée des joints de grains et des particules TCP sur l'endommagement en fluage et en fatigue-fluage (pour de longs temps de maintien) ? En quoi la présence de ces particules peut-elle modifier l'amorçage des fissures et/ou accélérer la propagation des fissures ?*

Ces questions seront reprises et discutées dans le chapitre suivant.

BIBLIOGRAPHIE

- BAIN, K., GAMBONE, M. L., HYZAK, J. M. et THOMAS, M. (1988). Development of damage tolerant microstructures in Udimet 720. *In Proceedings of the 6th International Symposium on Superalloys*, pages 13–22, Seven Springs, PA, USA. TMS.
- BEARDMORE, P., DAVIES, R. et JOHNSTON, T. (1969). On the temperature dependence of the flow stress of nickel base alloys. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, pages 1537–1545.
- BHOWAL, P., WRIGHT, E. et RAYMOND, E. (1990). Effects of Cooling Rate and Morphology on Creep and Stress Rupture Properties of a Powder Metallurgy Superalloy. *Metallurgical Transactions A*, 21A:1709–1717.
- BILLOT, T. (2010). *Comportement et endommagement en fatigue et fatigue fluage à haute température de différents états microstructuraux du superalliage base nickel Udimet 720*. Thèse de doctorat, LMPM, ISAE-ENSMA.
- BOND, B., BRIEN, C., RUSSELL, J., HEANEY, J. et LASONDE, M. (2014). René 65 billet material for forged turbine components. *In Proceeding of the 8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, pages 107–118, Pittsburg, PA, USA. TMS.
- CARBOU, C. (2000). *Interactions fatigue-fluage sur le comportement en fissuration à haute température des superalliages pour disques de turbine. Effets d'oxydation*. Thèse de doctorat, Université de Poitiers.
- CHEN, Q. Z., JONES, N. et KNOWLES, D. M. (2002). The microstructures of base modified RR2072 SX superalloys and their effects on creep properties at elevated temperatures. *Acta Materialia*, 50(5):1095–1112.
- COLLINS, D. et STONE, H. (2014). A modelling approach to yield strength optimization in a nickel base superalloy. *International Journal of Plasticity*, 54:96–112.
- CONDAT, M. et DÉCAMPS, B. (1987). Shearing of gamma prime precipitates by single matrix dislocations in a nickel based superalloy. *Scripta Metallurgica*, 21:607–612.

- DANFLOU, H., MARCIA, M., SANDERS, T. et KHAN, T. (1996). Mechanisms of formation of serrated grain boundaries in nickel base superalloys. *In Proceedings of the 8th International Symposium on Superalloys*, pages 119–127, Seven Springs, PA, USA. TMS.
- DÉCAMPS, B., MORTON, A. et CONDAT, M. (1991). On the mechanism of shear of gamma prime precipitates by a single dissociated matrix dislocation in nickel based superalloys. *Philosophical Magazine A*, 64(3):641–668.
- DÉCAMPS, B., PÉNISSON, J., CONDAT, M., GUÉTAZ, L. et MORTON, A. (1994). High resolution imaging of shearing configurations of gamma prime precipitates in Ni-based superalloys. *Scripta Metallurgica*, 30:261–266.
- DUBIEZ-LE GOFF, S. (2003). *Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud*. Thèse de doctorat, CEA-Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- FLAGEOLET, B. (2005). *Effet du vieillissement du superalliage base nickel N18 pour disques de turbines sur sa durabilité en fatigue et fatigue-fluage à 700C*. Thèse de doctorat, LMPM, Université de Poitiers.
- GABB, T. P., KANTZOS, P. T., TELESMA, J., GAYDA, J., SUDBRACK, C. K. et PALSA, B. (2011). Fatigue resistance of the grain size transition zone in a dual microstructure superalloy disk. *International Journal of Fatigue*, 33(3):414–426.
- GALINDO-NAVA, E., CONNOR, L. et RAE, C. (2015). On the prediction of the yield stress of unimodal and multimodal gamma prime nickel base superalloys. *Acta Materialia*, 98: 377–390.
- HEANEY, J., LASONDE, M., POWELL, A., BOND, B., CHRISTOPHER, M. et BRIEN, O. (2014). Development of a new cast and wrought alloy (René 65) for high temperature disk applications. *In 8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, pages 67–77, Pittsburg, PA, USA. TMS.
- HELM, D. et RÖDER, O. (2000). Influence of long term exposure in air on microstructure, surface stability and mechanical properties of Udimet 720Li. *In Proceedings of the 9th International Symposium on Superalloys*, pages 487–493, Seven Springs, PA, USA. TMS.
- HU, D. et WANG, R. (2009). Experimental study on creep-fatigue interaction behaviour of GH4133B superalloy. *Materials Science and Engineering*, 515:183–189.
- HÜTHER, W. et REPPICH, B. (1978). Interactions of dislocations coherent, stress-free ordered particles. *Zeitschrift für Metallkunde*, 69:628.
- JACKSON, M. et REED, R. (1999). Heat treatment of UDIMET 720Li : the effect of microstructure on properties. *Materials Science and Engineering A*, 259:85–97.
- JAIN, S., EWING, B. et YIN, C. (2000). The Development of Improved Performance PM Udimet 720 Turbine Disks. *In Proceedings of the 9th International Symposium on Superalloys*, pages 785–794, Seven Springs, PA, USA. TMS.
- JUN, X., SUGUI, T., XIAOMING, Z., XINGFU, Y. et WUXIANG, W. (2012). Influence of heat treatment regimes on microstructure and creep properties of FGH95 nickel base superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 538:306–314.

- KEAR, B., OBLAK, J. et GIAMEI, A. (1970). Stalking faults in gamma prime Ni₃(Al,Ti) precipitation hardened nickel base alloys. *Metallurgical Transactions*, 1:2305.
- KEAR, B. et WILSDORF, H. (1962). Dislocation configuration in plastically deformed polycrystalline Cu₃Au alloys. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 224:382–386.
- KNOWLES, D. et CHEN, Q. (2003). Superlattice stacking fault formation and twinning during creep in single crystal superalloy CMSX4. *Materials Science and Engineering A*, 340:88–102.
- KOLBE, M. (2001). The high temperature decrease of the critical resolved shear stress in nickel base superalloys. *Materials Science and Engineering A*, 319-321:383–387.
- KONG, Y. H. et CHEN, Q. Z. (2004). Effect of minor additions on the formation of TCP phases in modified RR2086 SX superalloys. *Materials Science and Engineering A*, 366:135–143.
- KROL, T., BAITHER, D. et NEMBACH, E. (2004). The formation of precipitate free zones along grain boundaries in a superalloy and the ensuing effects on its plastic deformation. *Acta Materialia*, 52(7):2095–2108.
- LARROUY, B., VILLECHASSE, P., CORMIER, J. et BERTEAUX, O. (2015). Grain boundary-slip bands interactions : Impact on the fatigue crack initiation in a polycrystalline forged Ni-based superalloy. *Acta Materialia*, 99:325–336.
- LE GRAVEREND, J.-B., CORMIER, J., CARON, P., KRUCH, S., GALLERNEAU, F. et MENDEZ, J. (2011). Numerical simulation of gamma/gamma prime microstructural evolutions induced by TCP-phase in the MC2 nickel base single crystal superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 528:2620–2634.
- LOCQ, D., CARON, P., RAUJOL, S., PETTINARI-STURMEL, F., COUJOU, A. et CLÉMENT, N. (2004). On the role of tertiary gamma prime precipitates in the creep behaviour at 700C of a PM disk superalloy. In *Proceedings of the 10th International Symposium on Superalloys*, pages 179–187, Seven Springs, PA, USA. TMS.
- LOCQ, D., MARTY, M. et CARON, P. (2000). Optimisation of the mechanical properties of a new PM superalloy for disk applications. In *SEVEN SPRINGS, PA, U., éditeur : Proceedings of the 9th International Symposium on Superalloys*, pages 395–403. TMS.
- LOCQ, D., NAZÉ, L., FRANCHET, J.-M., CARON, P., DUMONT, A. et GUÉDOU, J.-Y. (2014). Metallurgical optimization of PM superalloy N19. In *Matec Web of Conference*, page 11007, Giens, France.
- MANONUKUL, A., DUNNE, F. et KNOWLES, D. (2002). Physically-based model for creep in nickel-base superalloy C263 both above and below the gamma solvus. *Acta Materialia*, 50(11):2917–2931.
- MAO, J., CHANG, K., YANG, W., FURRER, D., RAY, K. et VAZE, S. (2002). Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy Rene88DT. *Materials Science and Engineering A*, 332:318–329.
- MATHEY, G. (1994). Method of making superalloy turbine disks having graded coarse and fine grains. Rapport technique, US Patent 5.312.497, Washington.

- MIAO, J., POLLOCK, T. M. et WAYNE JONES, J. (2009). Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy René 88DT at elevated temperature. *Acta Materialia*, 57: 5964–5974.
- MILLIGAN, W. et ANTOLOVICH, S. (1989). Deformation modeling and constitutive modeling for anisotropic superalloys. Rapport technique, Rapport technique NASA numéro 4215.
- PANG, H. et REED, P. (2003). Fatigue crack initiation and short crack growth in nickel based turbine disc alloys - the effects of microstructure and operating parameters. *International Journal of Fatigue* 25, pages 1089–1099.
- PHILLIPS, P., UNOCIC, R. et MILLS, M. (2012). Low cycle fatigue of a polycrystalline nickel based superalloy : Deformation substructure analysis. *International Journal of Fatigue*, 57:50–57.
- QIN, X., GUO, J., YUAN, C., HOU, J., ZHOU, L. et YE, H. (2012). Long term thermal exposure responses of the microstructure and properties of a cast Nickel base superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 543:121–128.
- RAE, C. M. F., HOOK, M. S. et REED, R. C. (2005). The effect of TCP morphology on the development of aluminide coated superalloys. *Materials Science and Engineering A*, 396: 231–239.
- RAUJOL, S. (2004). *Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques de turbine*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse - CEMES.
- RAUJOL, S., PETTINARI, F., LOCQ, D., CARON, P., COUJOU, A. et CLÉMENT, N. (2004). Creep straining micro mechanisms in a powder metallurgical nickel based superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 387:678–682.
- SIMONETTI, S. et CARON, P. (1998). Role and behaviour of mu phase during deformation of a nickel base single crystal superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 254:1–12.
- SOULA, A. (2008). *Etude de la déformation intergranulaire au cours du fluage à haute température d'un superalliage base nickel polycristallin*. Thèse de doctorat, Institut Polytechnique de Grenoble.
- SUGUI, T., MINGGANG, W., TANG, L., BENJIANG, Q. et JUN, X. (2010). Influence of TCP phase and its morphology on creep properties of single crystal nickel based superalloys. *Materials Science and Engineering A*, 527:5444–5451.
- TAWANCY, H. (1981). Long term ageing characteristics of some commercial Ni-Cr-Mo alloys. *Journal of Materials Science*, 16:2883–2889.
- THÉBAUD, L., VILLECHAISE, P., CORMIER, J., CROZET, C., FRANCHET, J.-M. et ORGANISTA, A. (2015). Relationships between microstructural parameters and time-dependent mechanical properties of a new nickel-based superalloy AD730TM. *Metals*, 5:2236–2251.
- THIBAUT, K., LOCQ, D., CARON, P., BOIVIN, D., RENOLLET, Y. et BRÉCHET, Y. (2013). Influence of microstructure on local intra and intergranular deformations during creep of a nickel based superalloy at 700C. *Materials Science and Engineering A*, 588:14–21.

- TORSTER, F., BAUMEISTER, G., ALBRECHT, J., LIJTJERING, G. et DAEUBLER, M. A. (1997). Influence of grain size and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of the nickel base superalloy U 720 Li. *Materials Science and Engineering*, 236:189–192.
- UNOCIC, R. R., VISWANATHAN, G. B., SAROSI, P. M., KARTHIKEYAN, S., LI, J. et MILLS, M. J. (2008). Mechanisms of creep deformation in polycrystalline Ni-base disk superalloys. *Materials Science and Engineering A*, 483-484:25–32.
- VAUNOIS, J.-R., CORMIER, J., VILLECHAISE, P., DEVAUX, A. et FLAGEOLET, B. (2010). Influence of both gamma prime distribution and grain size on the tensile properties of UDIMET 720Li at room temperature . In *Superalloy 718 and Derivatives*, pages 199–213, Pittsburgh, PA, USA. TMS.
- VILLECHAISE, P., CORMIER, J., BILLOT, T. et MENDEZ, J. (2012). Mechanical behavior and damage processes of Udimet 720Li : Influence of localized plasticity at grain boundaries. In *Superalloys*, pages 13–24, Seven Springs, USA. TMS.
- WANG, L., WANG, S., SONG, X., LIU, Y. et XU, G. (2013). Effects of precipitated phases on the crack propagation behaviour of a Ni-based superalloy. *International Journal of Fatigue*, 62:210–216.
- WISNIEWSKI, A. et BEDDOES, J. (2009). Influence of grain boundary morphology on creep of a wrought Ni base superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 510-511:266–272.
- YANG, J., ZHENG, Q., SUN, X., GUAN, H. et HU, Z. (2006). Formation of mu phase during thermal exposure and its effect on the properties of K465 superalloy. *Scripta Materialia*, 55:331–334.
- YEH, A., LU, K., KUO, C., BOR, H. et WEI, C. (2011). Effect of serrated grain boundaries on the creep property of Inconel 718 superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 530:525–529.
- ZRNIK, J., SEMENAK, J., VRCHOVINSKY, V. et WANGYAO, P. (2001). Influence of hold period on creep fatigue deformation behaviour of nickel base superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 321:637–642.

CHAPITRE

— IV —

DISCUSSION

Sommaire

Introduction	195
IV.1 Quelles sont les répercussions du chargement mécanique sur les cinétiques de croissance des précipités γ' intragranulaires?	197
IV.2 Quel est l'impact des particules TCP sur les mécanismes de déformation en fluage à 700°C?	199
IV.2.1 Mise en œuvre	199
IV.2.2 Les particules TCP sont-elles des sources de dislocations?	200
IV.2.3 Observations des différents mécanismes de déformation à cœur et aux joints de grains	203
IV.3 Pourquoi les particules TCP précipitent-elles préférentiellement autour des précipités γ'_I et aux joints de grains?	209
IV.3.1 Caractérisation des gradients chimiques dans l'état de référence	209
IV.3.2 Caractérisation des gradients chimiques dans l'état vieilli 500h à 800°C	211
IV.4 Quelles sont les répercussions des particules TCP sur l'endommagement en fluage à 700°C?	217
IV.4.1 La ségrégation de molybdène favorise-t-elle le glissement intergranulaire?	218
IV.4.2 Les particules TCP sont-elles fragiles à 700°C?	221
IV.5 Synthèse et discussion	223

Introduction

Dans ce dernier chapitre seront repris certaines questions soulevées précédemment suite aux résultats mécaniques macroscopiques obtenus. Il a ainsi pour principal objectif d'apporter une meilleure compréhension du rôle des particules TCP précipitant au cours du vieillissement sur les mécanismes de déformation et d'endommagement. Une proposition sera également fournie pour expliquer la formation des particules TCP aux joints de grains et autour des précipités γ'_1 . En effet, ce point d'ordre métallurgique était jusqu'alors laissé en suspens.

Ce chapitre se décompose principalement en trois parties.

L'impact des particules TCP et des joints de grains sur les mécanismes de déformation, puis sur les mécanismes d'endommagement en fluage à 700°C sera analysé et discuté.

Un scénario permettant d'expliquer le rôle global de ces particules TCP sur les propriétés mécaniques du René 65 sera proposé à la fin de ce chapitre.

Les résultats présentés dans ce chapitre ont été en partie obtenus grâce à la collaboration avec l'équipe du Professeur M. Mills du laboratoire CEMAS (Center for Electron Microscopy and Analysis) aux États-Unis (Ohio State University, Columbus).

IV.1 Quelles sont les répercussions du chargement mécanique sur les cinétiques de croissance des précipités γ' intragranulaires ?

Dans les chapitres précédents, l'impact du sur-vieillissement thermique sur la microstructure, et par voie de conséquence sur les propriétés mécaniques à 700°C, a été analysé. Toutefois, ces caractérisations ont été réalisées en l'absence de chargement mécanique et il est possible que l'application d'une charge durant le vieillissement ou au cours des essais mécaniques affecte les cinétiques de croissance des particules γ' , comme cela a déjà été montré auparavant [Tien et Copley, 1971] [Cheng *et al.*, 2010] [Flageolet, 2005]. Ce paragraphe vise donc à évaluer cet éventuel effet.

L'objectif est donc de mesurer, *après essais mécaniques*, les rayons moyens des précipités γ'_{II} de plusieurs éprouvettes testées, par exemple en fluage à 700°C et 800°C, et de les comparer aux rayons prédits par la loi de croissance LSW. En effet, il a été montré précédemment que la cinétique de croissance des précipités γ'_{II} suit le modèle LSW pour une durée d'au moins 2000 heures, qui prédit une cinétique de croissance en $t^{1/3}$ (cf paragraphe II.2.2.b) :

$$r^3 - r_0^3 = k(T).t \quad (IV.1)$$

$$k(T) = \frac{k_0}{T} \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (IV.2)$$

avec $k_0 = 8,5.10^{18} \text{ nm}^3/\text{h}$ et $Q = 348,9 \text{ kJ/mol}$.

En connaissant le rayon r_0 des précipités γ'_{II} sur un échantillon issu de la matière utilisée pour ces essais, il est alors possible d'évaluer le rayon moyen des précipités de chaque éprouvette testée qui devrait être obtenu si le chargement mécanique pendant l'essai n'avait aucun effet sur la cinétique de croissance des précipités.

Ainsi, des essais de fluage à 700°C et 800°C ont été réalisés à différentes contraintes sur une couronne dont la microstructure de précipitation est légèrement différente de l'état de référence utilisé précédemment. Le rayon moyen des précipités γ'_{II} d'un échantillon issu de la partie extérieure de cette couronne est de 7,25 nm ce qui constitue la référence r_0 avant essai.

À titre d'exemple, une éprouvette testée en fluage à 700°C/800MPa a été rompue au bout de 147,8h et conduit à un diamètre moyen des précipités γ'_{II} dans la partie utile de 23,6 nm. Le rayon moyen calculé d'après la cinétique de croissance prédite par le modèle LSW est le suivant :

$$r(700^\circ\text{C} - 800\text{MPa}) = \left(r_0^3 + k(700^\circ\text{C}).t_R\right)^{1/3} = 8,5\text{nm} \quad (IV.3)$$

avec $r_0 = 7,25 \text{ nm}$ et $k(700^\circ\text{C}) = 1,62 \cdot 10^{-3} \text{ nm}^3/\text{h}$.

La Figure IV.1 présente les différents diamètres moyens expérimentaux et calculés à partir de la loi LSW pour ces essais de fluage à 700°C et 800°C . Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau IV.1.

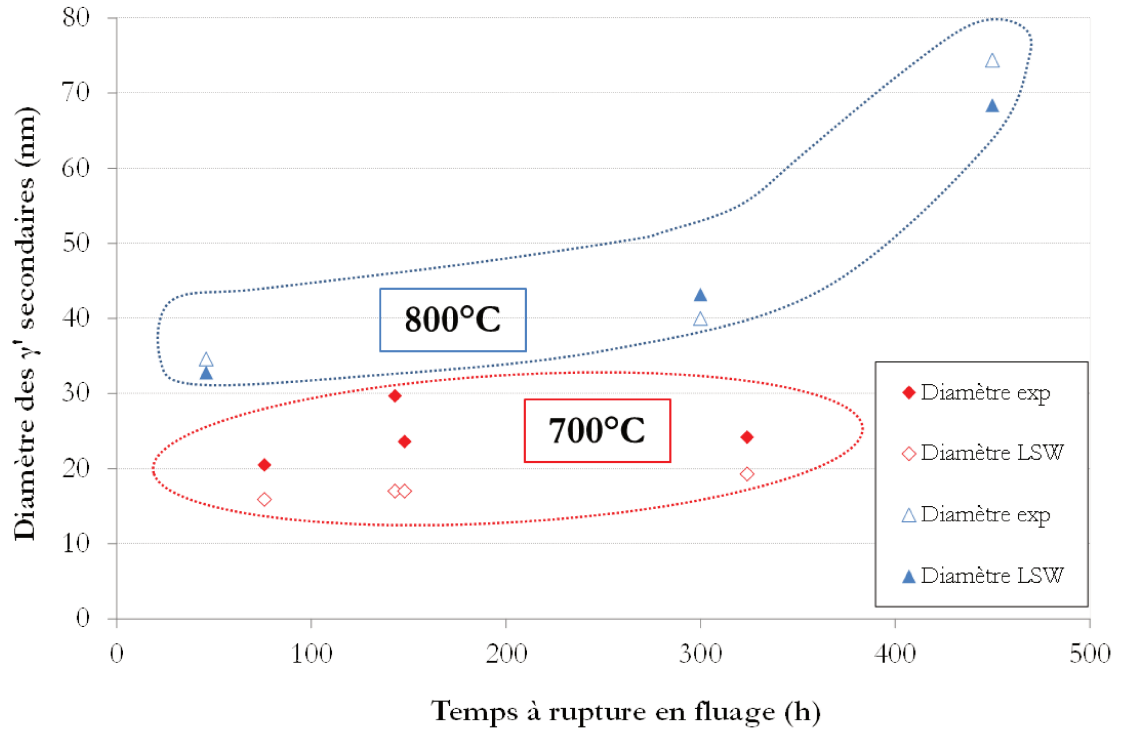


Figure IV.1 – Impact du chargement mécanique sur la croissance des précipités γ' intragranulaires.

T(°C)	σ (MPa)	t_R (h)	Φ_{exp} (nm)	Φ_{LSW} (nm)	Φ_{exp}/Φ_{LSW}
700°C	700	324,4	24,2	19,3	1,25
	750	143,4	29,7	17,0	1,75
	800	147,8	23,6	17,0	1,39
	850	76,1	20,5	15,9	1,29
800°C	200	450	74,4	68,36	1,09
	300	110	40	43,2	0,93
	350	46	34,6	32,8	1,05

Tableau IV.1 – Impact du chargement mécanique sur les cinétiques de croissance des précipités γ'_{II} à 700°C et 800°C

Ainsi, le chargement mécanique à 700°C et 800°C accélère légèrement la cinétique de croissance des précipités γ'_{II} puisque les diamètres moyens mesurés après rupture des éprouvettes sont supérieurs à ceux calculés à partir du modèle LSW établi expérimentalement (cf Chapitre II). De plus, d'après les résultats obtenus (Tableau IV.1), il semblerait que plus la durée d'essai augmente (autrement dit, plus la contrainte est faible) et plus

l'écart entre le diamètre moyen expérimental et calculé augmente. Par conséquent, la déformation plastique et éventuellement les déformations induites par le chargement mécanique semblent accélérer la diffusion des éléments γ' -gènes (c'est-à-dire l'aluminium, le titane et le nickel). Ceci est d'autant plus flagrant que le rapport Φ_{exp}/Φ_{LSW} est plus grand à 700°C qu'à 800°C, ce qui est en accord avec les modes de fluage à ces températures. En effet, le fluage dislocations est prépondérant à 700°C (bien qu'il existe une contribution du fluage diffusion), contrairement à 800°C où le fluage diffusion opère principalement (cf Chapitre III).

En conclusion, la faible différence entre les diamètres mesurés expérimentalement après essais et ceux prédits par la loi LSW montrent qu'effectivement le chargement mécanique accélère les cinétiques de croissance des précipités dans le René 65. Toutefois cette accélération reste négligeable vis-à-vis des problématiques soulevées dans cette thèse, et l'effet du chargement mécanique sur les cinétiques de croissance des précipités peut donc être négligé du point de vue de la résistance mécanique.

IV.2 Quel est l'impact des particules TCP sur les mécanismes de déformation en fluage à 700°C ?

Précédemment, il a été montré que le comportement en fluage et en fatigue-fluage à 700°C est directement impacté par la présence des particules TCP précipitant après 500h à 800°C (sur-vieillessement). Rappelons que les vitesses de déformation pour ces deux types de sollicitation mécanique sont plus élevées dès le début des essais, et cela est d'autant plus marqué en fatigue-fluage que le temps de maintien à contrainte maximale est long. Par conséquent, l'impact de ces particules sur le comportement en fluage à 700°C a été investigué en priorité.

IV.2.1 Mise en œuvre

Des essais de fluage sous air à 700°C/800MPa ont été réalisés sur la matière de référence et sur la matière vieillie 500h/800°C. Ces deux éprouvettes ont été issues de la même zone de prélèvement, dans la partie extérieure de la couronne de référence (zone 6, cf Chapitre I, page I.36). Ces essais ont été interrompus à 0,5% de déformation totale, afin d'analyser les premiers mécanismes de déformation.

Dans chaque éprouvette un barreau cylindrique de 3 mm de diamètre a été prélevé par électroérosion. Sept disques de 0,5 mm d'épaisseur ont ensuite été prélevés dans le tiers central de la partie utile de chaque éprouvette, suivant le schéma détaillé figure IV.2. Ces disques ont ensuite été polis mécaniquement au papier SiC jusqu'à atteindre une épaisseur d'environ 100 μm , avant d'être polis électrolytiquement à l'aide d'une solution composée de 15% en acide perchlorique et de 85% en méthanol (pourcentages volumiques). Les échantillons ont été ainsi polis jusqu'à perforation et obtention de plages minces transparentes aux électrons.

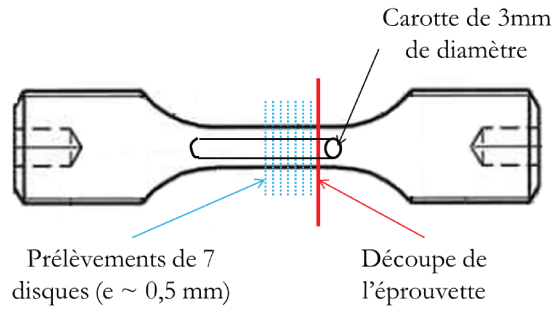


Figure IV.2 – Prélèvements de 7 disques d'épaisseur 0,5 mm dans le tiers central de la partie utile.

Ces lames MET ont ensuite été observées via un microscope électronique en transmission Technai F20 (S/MET-FEG) sous 200kV au CEMAS (Center for Electron Microscopy and Analysis, Ohio State University, États-Unis).

IV.2.2 Les particules TCP sont-elles des sources de dislocations ?

Une des raisons possibles de l'augmentation de la vitesse de fluage dès les premiers instants en présence des phases TCP est que celles-ci servent de sources de dislocations. De nombreux clichés ont alors été réalisés dans l'état vieilli au niveau de ces particules, qu'elles soient le long des joints de grains ou autour des précipités γ'_1 . La Figure IV.3 regroupe plusieurs clichés montrant les paysages de dislocations au voisinage de ces particules. Les figures IV.3.a1 et a2 montrent que des dislocations isolées de la matrice semblent provenir d'une particule TCP. Au contraire, les figures IV.3.b1 et b2 ne permettent pas d'identifier ce processus de manière évidente, en partie du fait d'une très forte densité de dislocations déjà présentes, bien que l'éprouvette n'ait été initialement déformée que de 0,5% (déformation plastique). En revanche, les figures IV.3.c1 et c2 montrent que les joints de grains décorés par quelques petites particules TCP peuvent également servir de sources de dislocations. Par conséquent, des clichés ont été réalisés sur l'état de référence au niveau des joints de grains et des joints de macles. Les figures IV.4.a1 et a2 montrent que ces joints constituent eux aussi des sources de dislocations. Les joints de macles dans l'état vieilli – qui ne sont pas décorés par des particules TCP – sont également sources de dislocations (Figure IV.4.b).

L'ensemble des clichés réalisés sur les deux états de la matière, et plus particulièrement autour des particules TCP dans l'état vieilli ne permettent donc pas d'affirmer avec certitude que ces dernières jouent le rôle de sources de dislocations. Il se peut que la nature chimique de chaque particule ait une influence puisque nous n'avons pas fait de distinction entre les particules σ et μ au cours des observations.

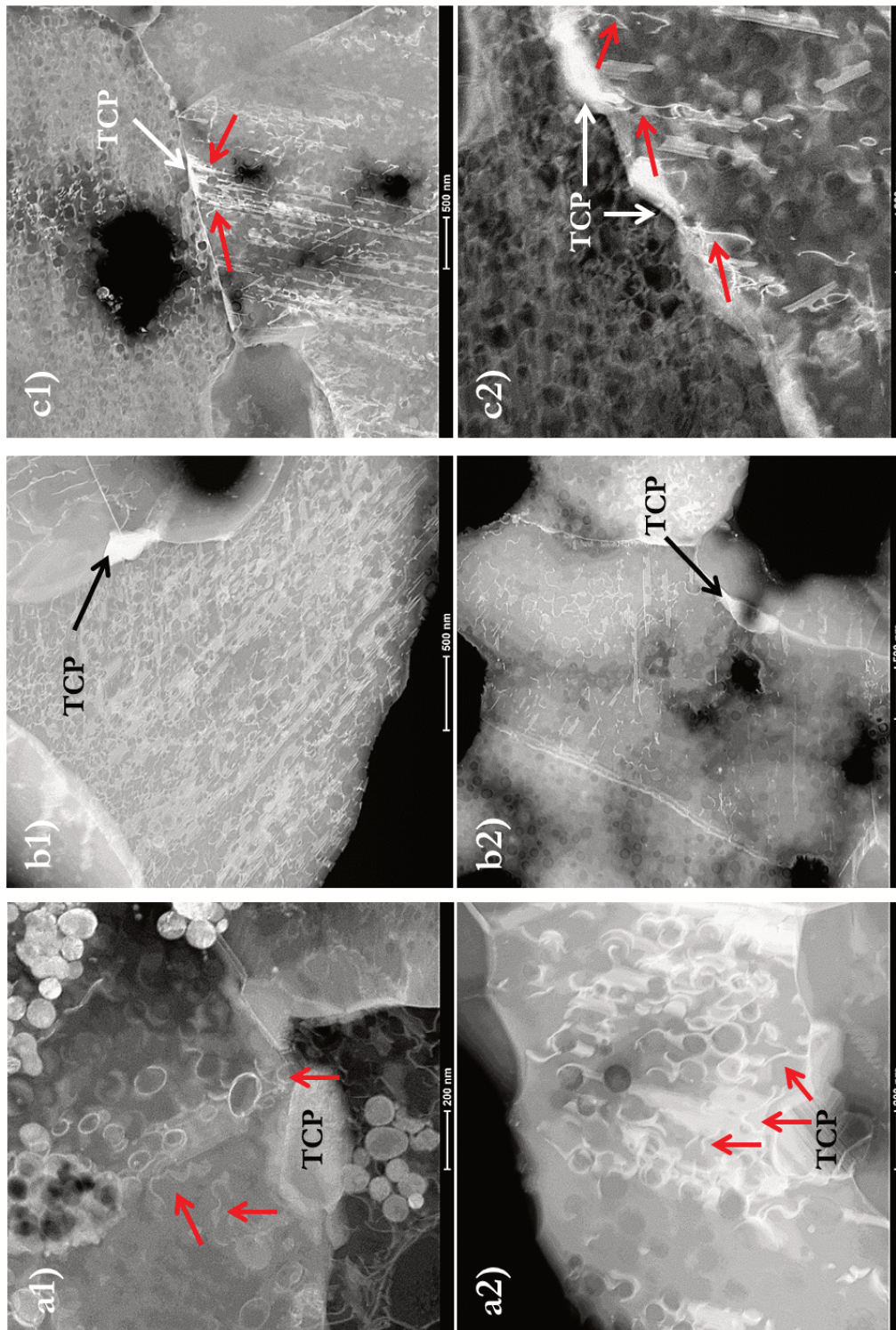


Figure IV.3 – Paysages de dislocations en champ sombre de l'état sur-vieilli pris au voisinage de particules TCP (a1 et a2 : TCP → sources possibles de dislocations, b1 et b2 : pas de dislocation détectée) et au voisinage de joints de grains qui constituent des sources de dislocations (c1 et c2). Les dislocations qui semblent provenir des particules sont pointées en rouge.

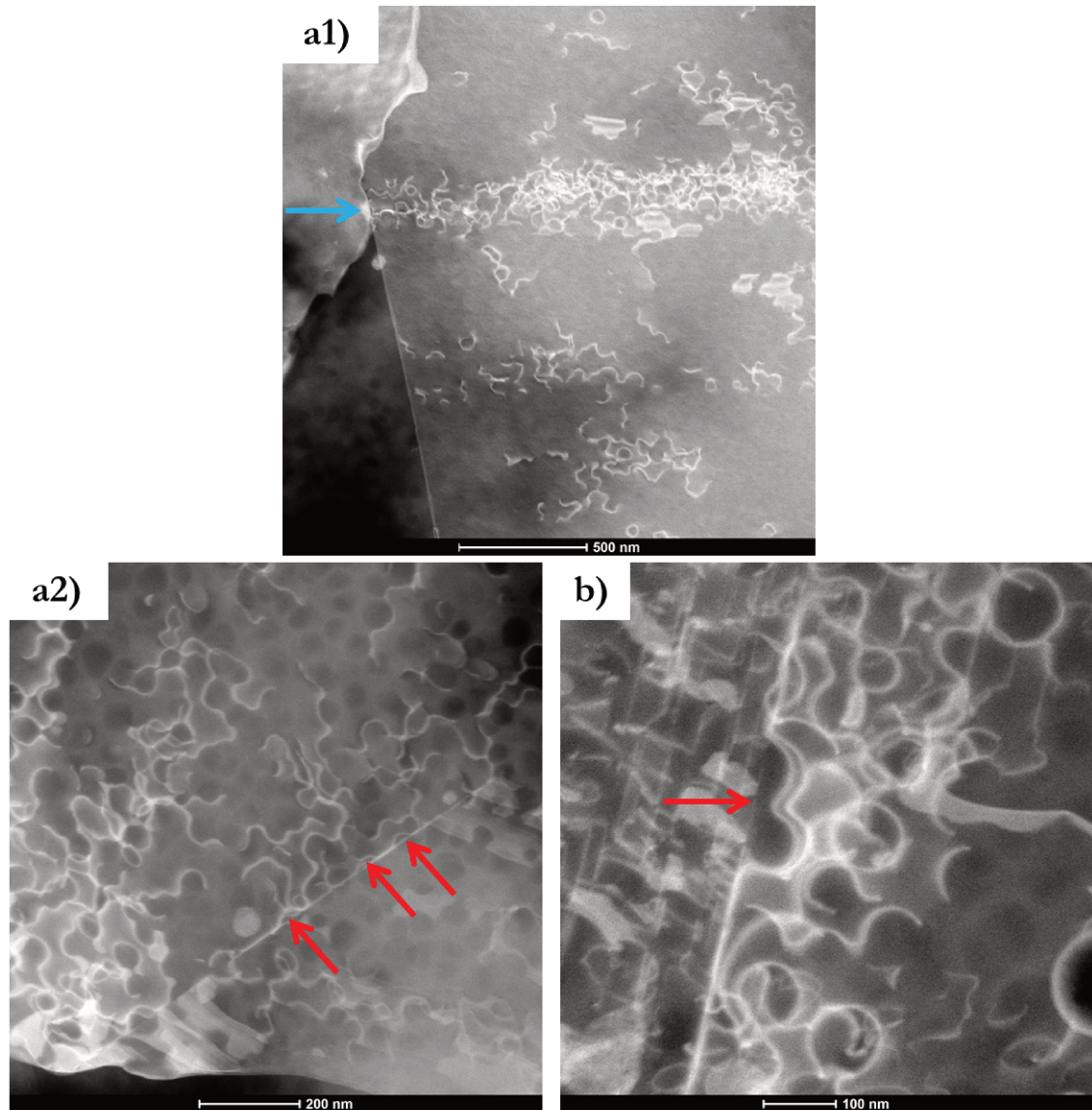


Figure IV.4 – Activité des dislocations au voisinage d'un joint de grains (a1) et de macle (a2) dans l'état de référence et au voisinage d'un joint de macle dans l'état vieilli (b). Le joint de grains est pointé par une flèche bleue (a1) et les joints de macles par des flèches rouges (a2 et b).

En revanche, les joints de grains ainsi que les joints de macles s'avèrent être des sources de dislocations, quel que soit l'état de la matière. Dans l'étude de Raujol sur le NR6, il est mentionné que les joints de grains généraux constituent des sources de dislocations, en revanche, ceci est moins clair concernant les joints de macles [Raujol *et al.*, 2004]. Ces derniers seraient les joints les plus résistants à la déformation de type fluage. Les joints de macles sont davantage connus pour être des sites d'amorçage de fissures par fatigue dans les superalliages [Miao *et al.*, 2009] [Miao *et al.*, 2012] [Stein *et al.*, 2014] [Stinville *et al.*, 2015] ainsi que dans les aciers inoxydables [Mineur *et al.*, 2000].

Ces observations amènent à davantage prendre en compte le rôle des joints de grains vis-à-vis des mécanismes de déformation en fluage à 700°C, notamment au voisinage des par-

ticules TCP. Par conséquent, des observations comparatives à cœur et aux joints de grains s'avèrent nécessaires.

IV.2.3 Observations des différents mécanismes de déformation à cœur et aux joints de grains

À défaut d'être effectivement des sources de dislocations, il est possible que les particules TCP modifient localement les mécanismes de déformation au niveau des joints de grains et des précipités intergranulaires γ'_I . C'est pourquoi, des observations comparatives ont été réalisées à cœur et aux joints de grains (ainsi qu'au voisinage des précipités γ'_I) dans les deux états de la matière.

IV.2.3.a Dans l'état de référence

La microstructure intragranulaire de l'état de référence est composée de précipités γ'_{II} et γ'_{III} dont les diamètres moyens sont de 54 nm et 14 nm respectivement (cf chapitre I section I.1.4.c). Les précipités γ'_{III} sont répartis de manière homogène dans tous les grains (Figure IV.5.a). En revanche, le long des joints de grains et autour des précipités intergranulaires γ'_I , il existe des zones dénuées de précipités γ'_{II} d'épaisseur 200-300 nm de part et d'autre des joints de grains (Figure IV.6.b) et de 100-300 nm autour des γ'_I (Figure IV.6.c).

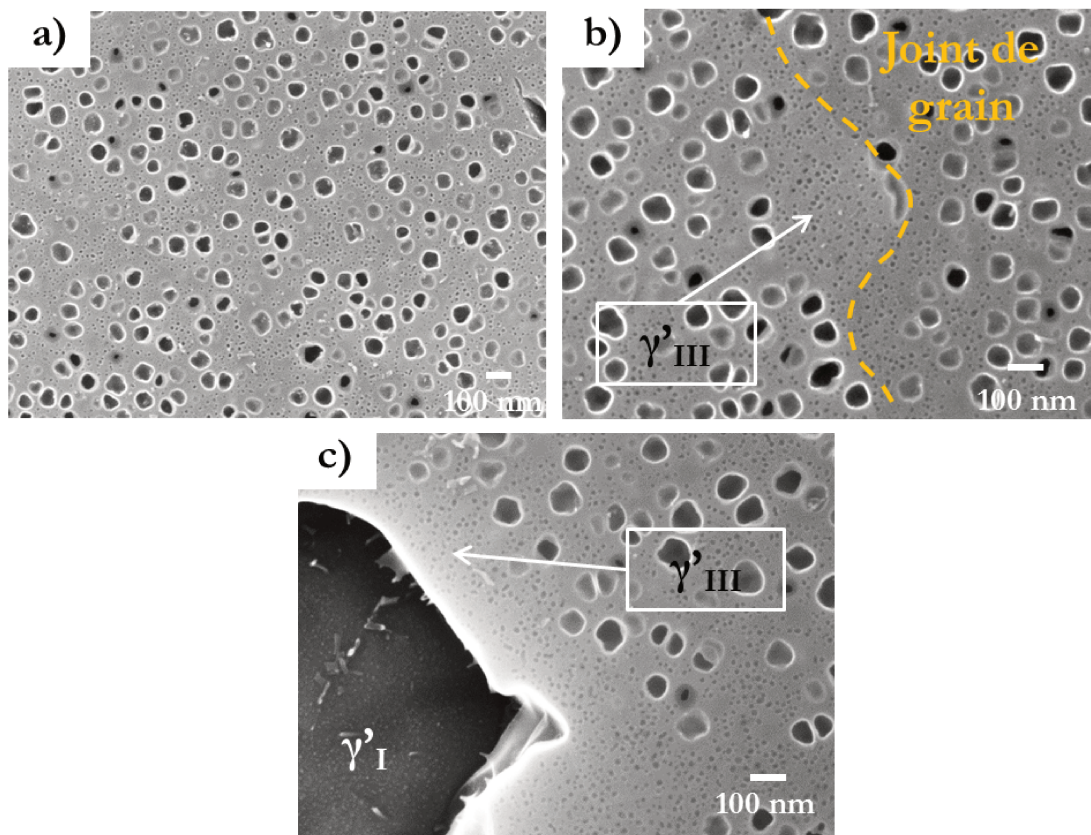


Figure IV.5 – Microstructure de l'état de référence à cœur de grain (a), aux joints de grains (b) et au voisinage des précipités γ'_I (c).

Les mécanismes de déformation à cœur de grain dans l'état de référence sont très nombreux, bien que l'éprouvette n'ait été déformée qu'à 0,5% de déformation plastique. Ainsi, il est possible d'observer sur les figures IV.6.a1 et a2 des dislocations isolées, le cisaillement des précipités et/ou de la matrice, ainsi que le contournement des précipités. La population bimodale de précipités intragranulaires est sûrement à l'origine de cet éventail de mécanismes de déformation, puisque ces derniers sont fortement dépendants de la taille des précipités et des distances inter-particulaires (cf Chapitre III section III.1.1). Il n'est cependant pas possible de connaître précisément le (ou les) mécanismes de déformation qui contrôle(nt) la vitesse minimale de fluage. Cela requiert une analyse plus approfondie, qui ne fait pas l'objet de la présente étude.

De plus, les conditions d'essais de fluage, à savoir de 700°C à 800MPa, peuvent également influencer les mécanismes de déformation. D'après l'étude menée par Unocic *et al.* sur le René 88DT, les mécanismes de déformation en fluage prépondérants entre 650°C et 760°C sont le micro-maclage et le cisaillement des précipités [Unocic *et al.*, 2008].

Bien que beaucoup de mécanismes opèrent dans le René 65 à 700°C/800MPa, il est fort probable que le contournement soit le mode de déformation prépondérant, compte tenu de la forte dépendance de la vitesse de déformation en fluage à la taille des précipités γ'_{II} (cf Chapitre III section III.2.2.b).

Les mécanismes de déformation au voisinage des joints de grains semblent être sensiblement identiques à ceux à cœur de grain (Figures IV.6.b1 et c1). Or la microstructure de référence présente des zones uniquement peuplées de γ'_{III} densément répartis le long des joints de grains et autour des précipités γ'_I . Par conséquent on pouvait attendre que les mécanismes de déformation soient différents au niveau des joints de grains comparativement à ceux observés à cœur de grain, à l'image de l'étude menée par Billot *et al.* sur la structure hétérogène de l'U720Li. Dans leur étude, il a été observé que les joints de grains ne sont peuplés que par de fins γ'_{III} éparses, favorisant le contournement des précipités aux joints de grains, contrairement au cisaillement à cœur de grain [Billot, 2010].

N.B : Des dislocations sont systématiquement observées dans les précipités intergranulaires γ'_I (Figures IV.6.c1 et c2). Leurs caractères anguleux laissent à penser qu'il s'agit de dislocations immobiles. Ces dernières ont probablement été créées lors des étapes de forgeage et figées lors des traitements thermiques de mise en solution et de vieillissements ultérieurs.

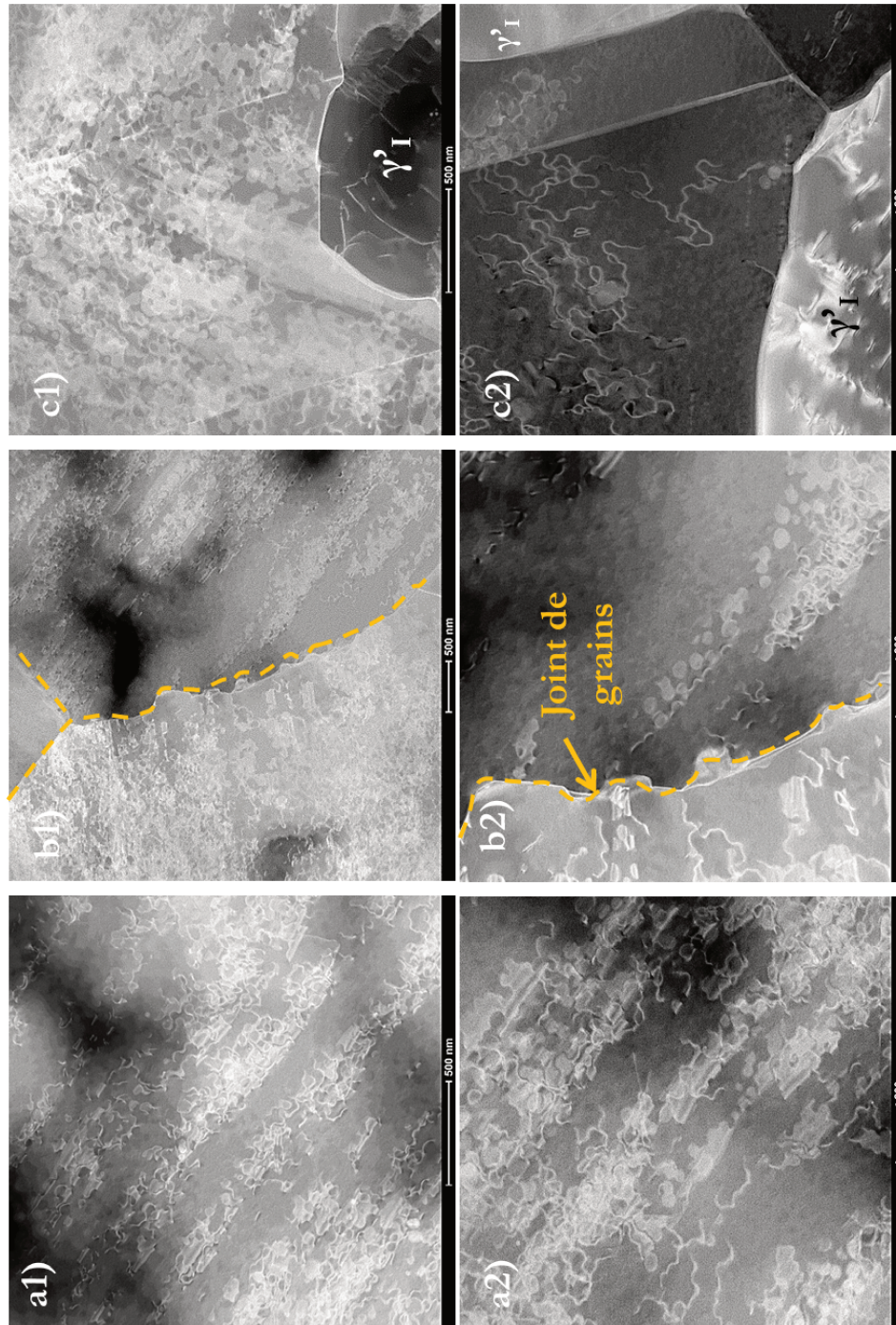


Figure IV.6 – Mécanismes de déformation mis en regard de la microstructure de l'état de référence à cœur de grain (a1, a2), aux joints de grains (b1, b2) et au voisinage des précipités γ' (c1, c2).

IV.2.3.b Dans l'état vieilli 500h à 800°C

Le sur-vieillissement de 500h à 800°C conduit à la coalescence des précipités γ'_{III} au profit des plus gros γ'_{II} , ainsi qu'à la précipitation de phases TCP de type σ et μ . Contrairement à l'état de référence, la précipitation intragranulaire est homogène dans tout le grain, y compris le long des joints de grains et autour des précipités γ'_I (Figure IV.7).

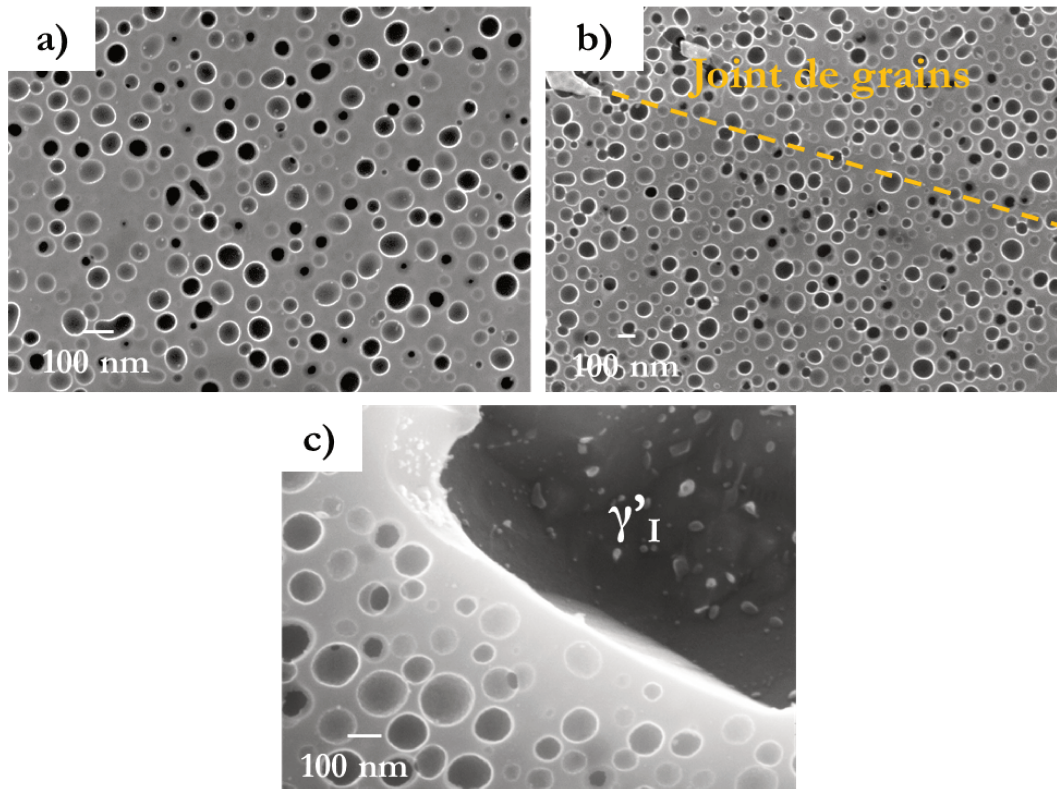


Figure IV.7 – Microstructure de l'état vieilli 500h à 800°C à cœur de grain (a), aux joints de grains (b) et au voisinage des précipités γ'_I (c).

Il est possible d'observer les mêmes mécanismes de déformation à cœur de grain que dans l'état de référence (cf paragraphe ci-dessus), néanmoins le contournement des précipités semblent y être prépondérant (Figures IV.8 et IV.9.a1). Ceci reste cohérent avec le fait que la taille des précipités γ'_{II} et les distances interprécipités augmentent dans l'état vieilli, favorisant ainsi la plasticité de la matrice. De plus, le mécanisme de montée de dislocations est également présent à cœur de grains ainsi qu'au voisinage des précipités γ'_I /TCP, mais de manière assez ponctuelle (Figure IV.8).

Ce mécanisme, d'après Unocic *et al.*, serait en général davantage observé en fluage à très hautes températures ($T > 760^\circ\text{C}$), puisque directement lié à la disparition des fins précipités γ'_{III} [Unocic *et al.*, 2008]. Lorsque les précipités γ'_{III} sont encore présents dans la microstructure, ils permettent l'ancrage des dislocations dans leurs plans de glissement. Dans la présente étude, le sur-vieillissement de 500 heures à 800°C suffit pour provoquer la coalescence de la quasi totalité des fins précipités γ'_{III} , ce qui permet dans certaines zones la montée de dislocations à une température aussi basse que 700°C.

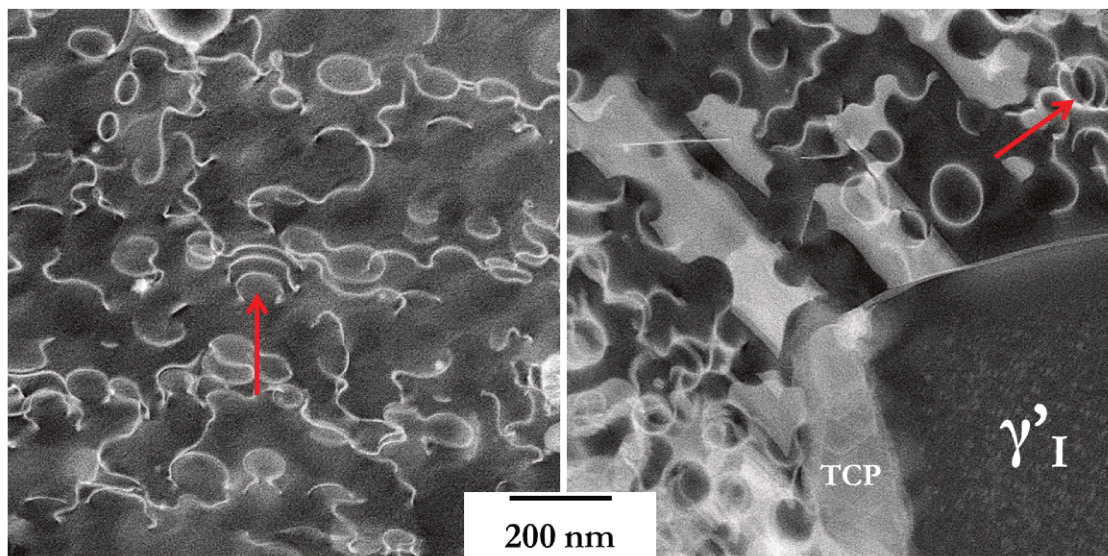


Figure IV.8 – Mécanisme de montée de dislocations dans l'état sur-vieilli 500h à 800°C (pointé par les flèches rouges) au sein d'une macle (a) et proche d'une particule TCP et d'un précipité γ'_I .

Les mécanismes de déformation au niveau des joints de grains sont identiques à ceux observés à cœur de grains (Figure IV.9.b1 et c1), ce qui concorde avec l'homogénéité de la précipitation intragranulaire. Il semblerait qu'il y ait cependant des empilements de dislocations au niveau des joints de grains (Figure IV.9.b1 et b2). Ces empilements pourraient être dûs soit à la présence des particules TCP (si ces dernières agissent en temps qu'obstacles), soit à une mauvaise transmission du glissement aux joints de grains [Larrouy *et al.*, 2015].

En conclusion, les mécanismes de déformation en fluage à 700°C/800MPa sont variés pour les deux états de la matière étudiés. Le cisaillement des précipités ainsi que le contournement d'Orowan sont bien présents dans l'état de référence et dans l'état vieilli. Dans ce dernier, de la montée de dislocations a également été observée, liée probablement à la coalescence des précipités γ'_{III} . Les mécanismes observés sont évidemment très dépendants des microstructures de précipitation intragranulaires. Cependant, dans l'état vieilli – qui contient également des particules TCP – les mécanismes de déformation ne semblent pas être modifiés par la présence de ces particules. L'observation d'échantillons moins déformés aurait probablement facilité les analyses.

Par conséquent, ces observations réalisées sur les états de référence et vieilli ne permettent pas de conclure indiscutablement sur l'impact des particules TCP sur les mécanismes de déformation en fluage à 700°C. Il semble probable que la plus forte proportion de contournement dans l'état sur-vieilli résulte majoritairement du grossissement des précipités γ'_{II} , indiquant une contribution majeure de ce mode de déformation (associé à la dissolution des précipités γ'_{III}) à la déformation macroscopique.

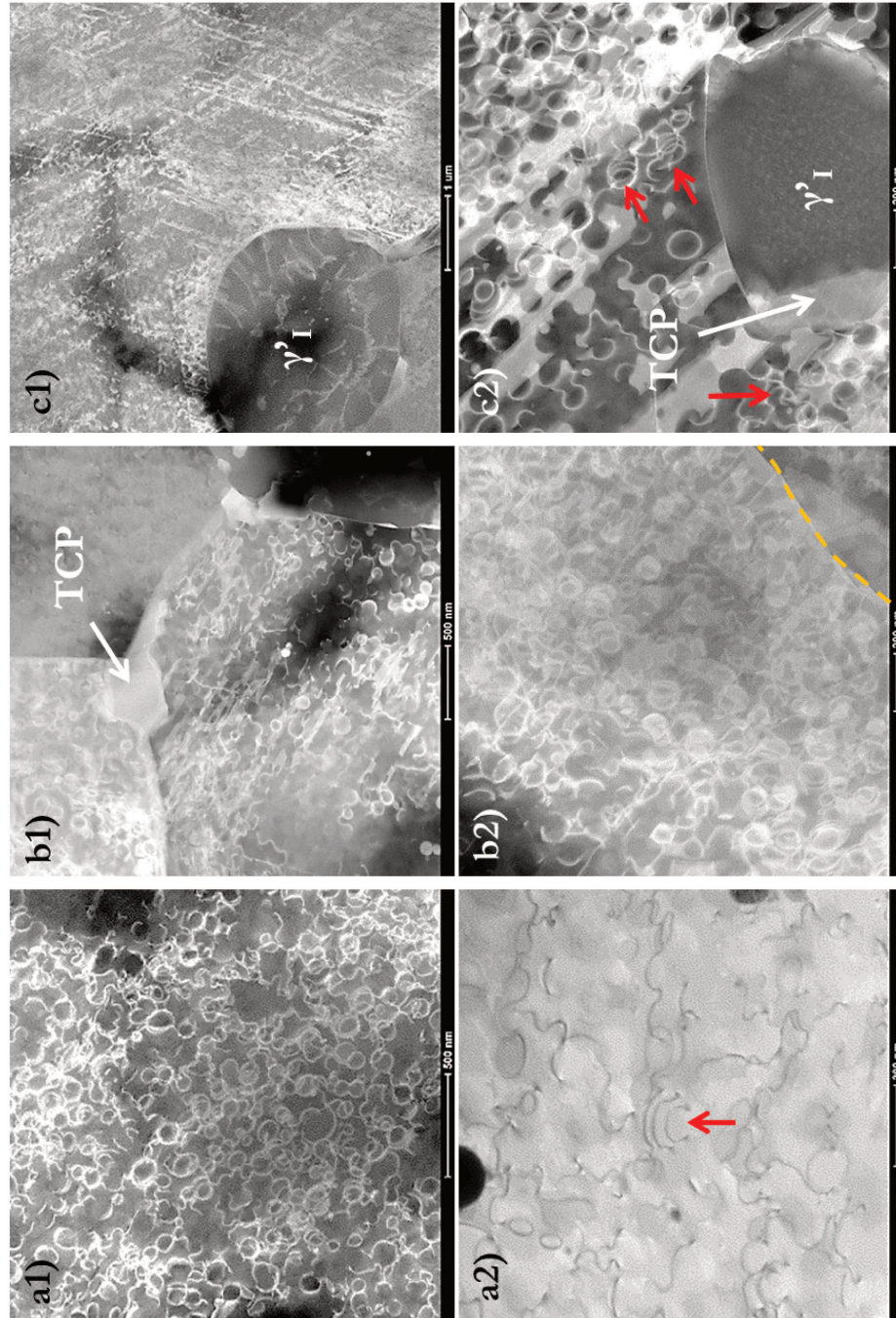


Figure IV.9 – Mécanismes de déformation mis en regard avec la microstructure de l'état vieilli 500h à 800°C à cœur de grain (a1, a2), aux joints de grains (b1, b2) et au voisinage des précipités γ'_I (c1, c2). Les flèches rouges pointent le mécanisme de montée de dislocation.

IV.3 Pourquoi les particules TCP précipitent-elles préférentiellement autour des précipités γ'_I et aux joints de grains ?

Réaliser un sur-vieillessement du René 65 de 500 heures à 800°C conduit à la croissance des précipités γ' intragranulaires, mais aussi à la précipitation de particules TCP uniquement au voisinage des joints de grains et préférentiellement autour des γ'_I . Une interrogation d'ordre métallurgique est de savoir pourquoi les particules TCP précipitent préférentiellement à ces endroits. Y a-t-il une configuration chimique dans l'état de référence qui pourrait favoriser leur précipitation ?

Pour explorer cet aspect, des analyses EDS ont été réalisées sur deux autres lames MET issues des éprouvettes de référence et sur-vieillies puis déformées à 0,5% en fluage. Les caractérisations chimiques ont été réalisées au travers d'images obtenues au MET Titan^{3TM} G2 60-300 S, équipé d'un détecteur EDS Super-X au CEMAS (Ohio, États-Unis). Les cartographies EDS ont été réalisées à 300kV sur une durée allant de 20 à 40 minutes afin de collecter suffisamment d'informations. Les éléments chimiques quantifiés au cours de ces analyses sont le nickel, l'aluminium, le titane, le chrome, le cobalt, le molybdène et le tungstène.

IV.3.1 Caractérisation des gradients chimiques dans l'état de référence

Dans un premier temps, une large cartographie a été réalisée de part et d'autre d'un joint de grains (Figure IV.10) dans l'état de référence. L'absence de gradient chimique au niveau du joint montre qu'aucune ségrégation chimique n'est à l'origine de la précipitation de phases TCP le long des joints constatée au cours d'un sur-vieillessement de 500 heures à 800°C.

Enfin, une seconde cartographie a été réalisée de part et d'autre d'une interface γ'_I /matrice (Figure IV.11). Plusieurs gradients chimiques marqués apparaissent au niveau de cette interface. En effet, la teneur en Al, Ni et Ti est évidemment plus élevée dans le précipité γ'_I que dans la matrice, cette dernière présentant davantage d'éléments durcissants tels que le Mo, Co, Cr, et W. En revanche, au niveau de l'interface γ'_I /matrice, il est intéressant de noter :

- une légère augmentation en Cr et Co par rapport à la matrice (pointée par les flèches rouges sur la figure IV.11)
- une baisse en Ni, Al et Ti par rapport à la matrice
- aucune fluctuation n'est remarquable en Mo et W

Les pics de concentration en éléments chimiques au niveau de l'interface entre les précipités γ'_I et la matrice montrent qu'il existe une fine zone, d'épaisseur 5-10 nm, totalement dénuée en précipités γ' intragranulaires. Cependant, ces gradients chimiques ne semblent pas pouvoir expliquer, à eux seuls, la précipitation de particules TCP autour des précipités γ'_I .

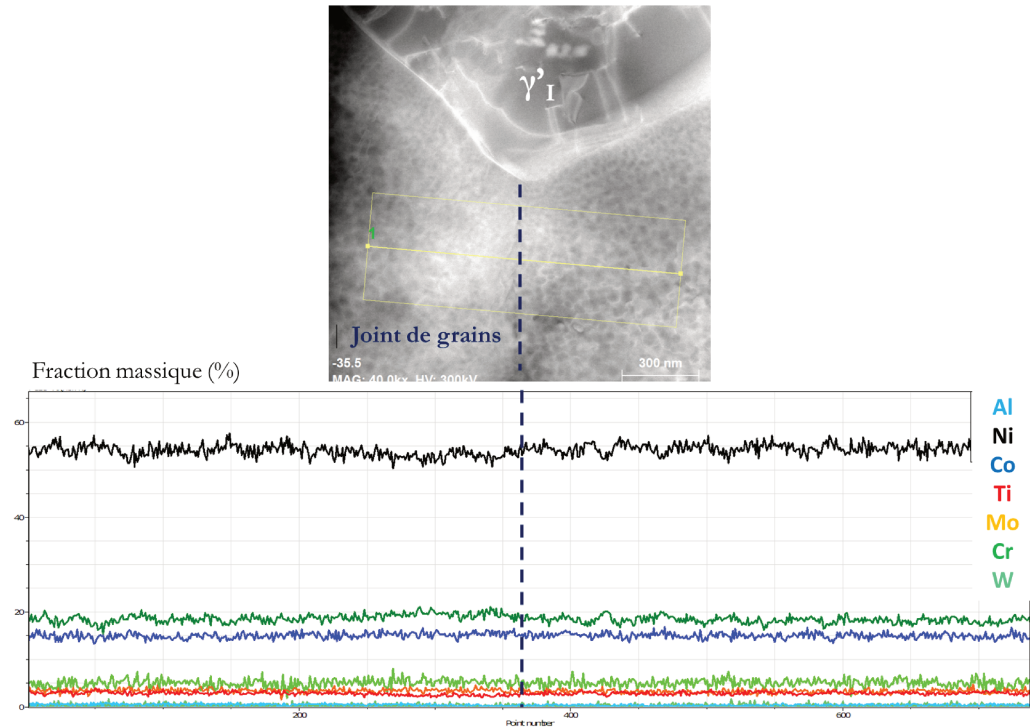


Figure IV.10 – Profil de concentration chimique perpendiculairement à un joint de grain dans l'état de référence.

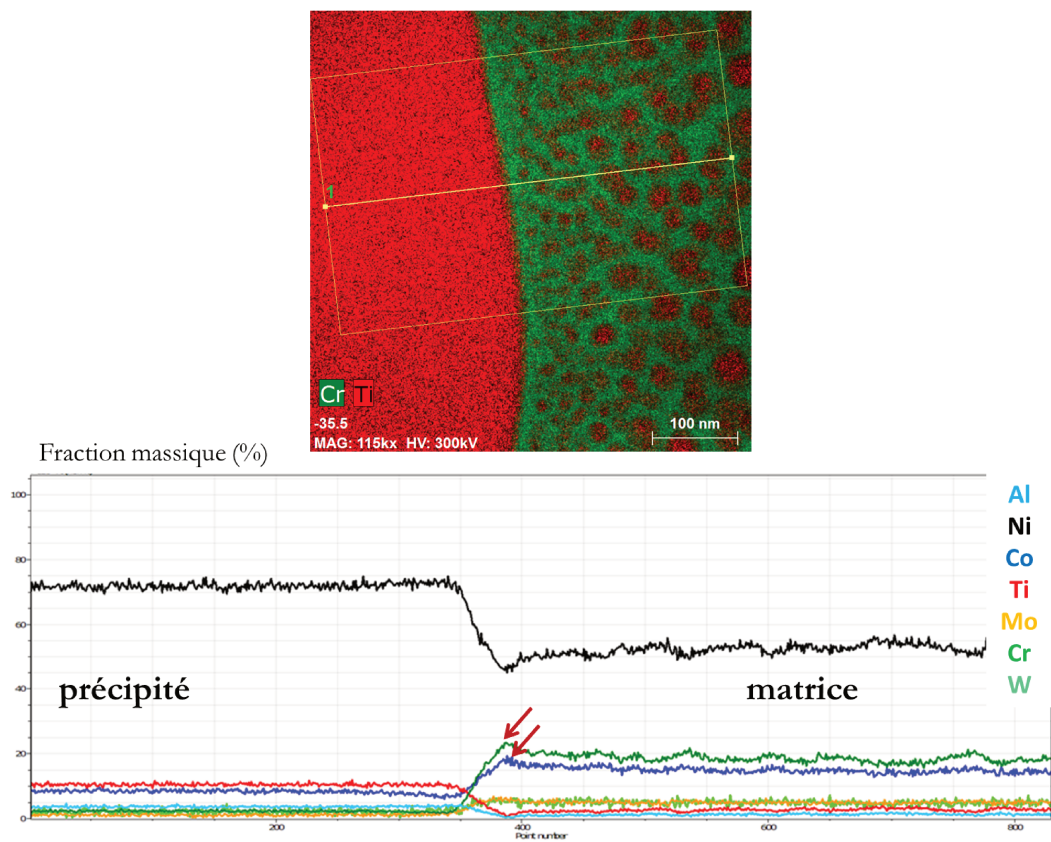


Figure IV.11 – Caractérisation chimique le long d'une l'interface entre un γ'_I et la matrice.

En conclusion, l'état métallurgique de référence ne présente pas de ségrégation chimique initiale suffisamment marquée aux joints de grains ou autour des précipités γ'_I pour favoriser la précipitation de particules TCP lors d'un sur-vieillissement.

IV.3.2 Caractérisation des gradients chimiques dans l'état vieilli 500h à 800°C

La répartition des éléments chimiques notamment au voisinage des interfaces γ'_I /matrice et des joints de grains dans un échantillon sur-vieilli 500h à 800°C présentant des phases TCP σ et μ a été analysée selon les mêmes conditions que l'état de référence. Dans un premier temps, une particule TCP a été observée autour d'un précipité γ'_I (Figure IV.12).

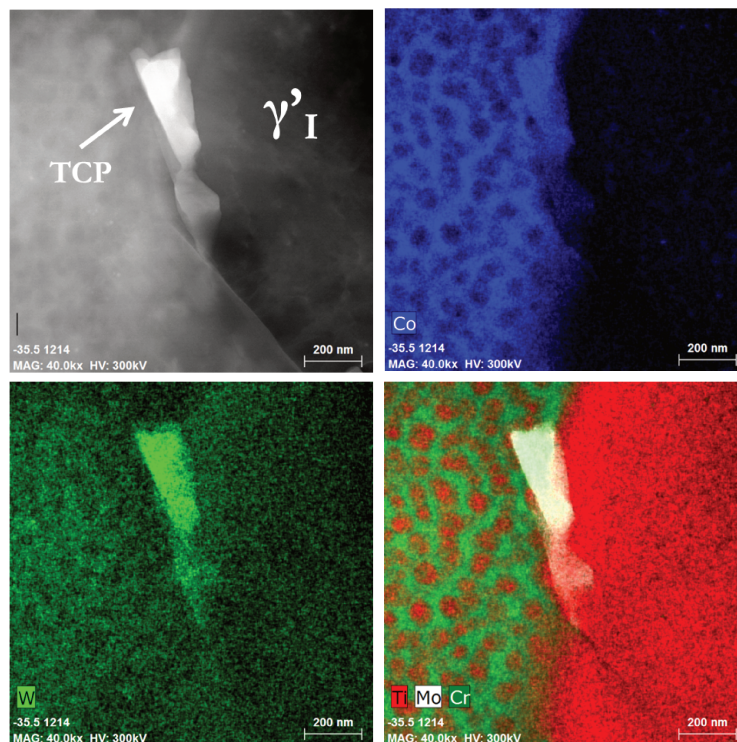


Figure IV.12 – Clichés EDS montrant la chimie d'une particule TCP à côté d'un précipité γ'_I (sur la droite).

D'après ces observations et l'analyse des gradients chimiques correspondante (Figure IV.13), les particules TCP sont riches en Mo, Cr, Co, et W, ce qui corrobore les précédentes études concernant ces phases [Simonetti et Caron, 1998] [Rae et Reed, 2001] [Rae *et al.*, 2005]. En effet, il est possible de constater une très nette augmentation des taux massiques en Mo et W. Les concentrations en Cr et Co sont légèrement plus faibles que celles dans la matrice. Par ailleurs, une très nette chute de la concentration en Ni est à noter dans la particule TCP. D'après la Figure IV.13, il est également possible de matérialiser les différences en termes de concentration en éléments chimiques entre les précipités γ'_I et γ'_{II} . Se formant en premier au cours de l'histoire thermique du matériau, les précipités intergranulaires γ'_I n'ont pas la même composition chimique que les précipités intragranulaires qui apparaissent au

cours des différentes vagues de nucléation lors du refroidissement et à l'issue de la mise en solution [Singh *et al.*, 2013].

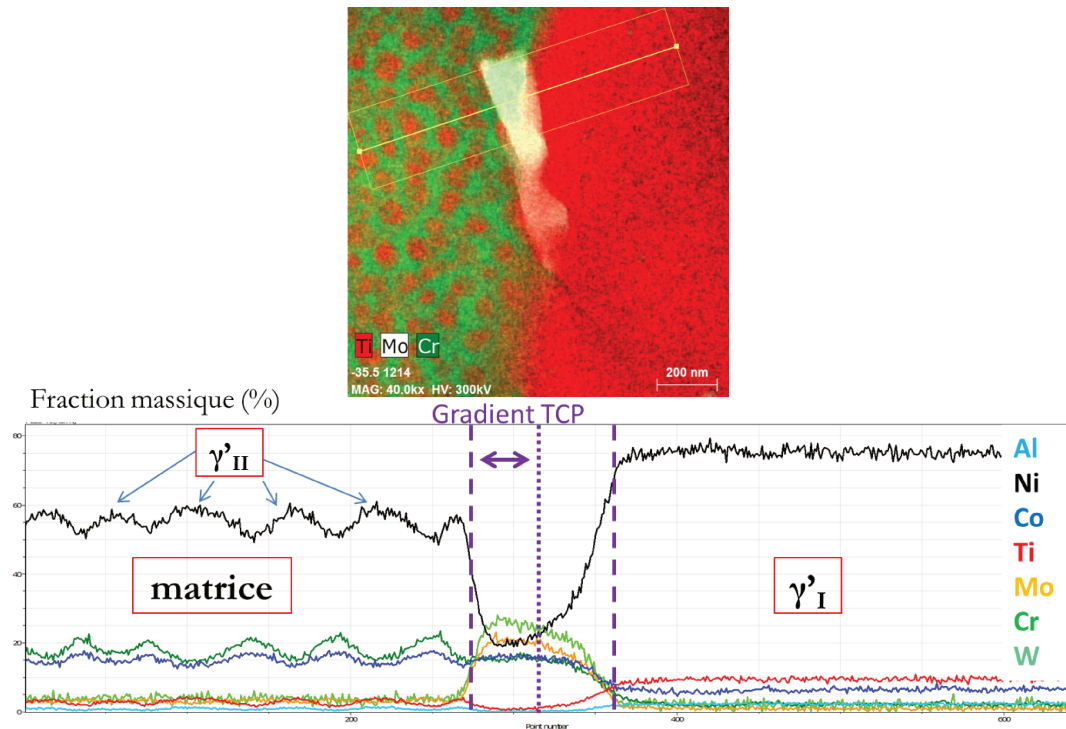


Figure IV.13 – Caractérisation des gradients chimiques de part et d'autre de la matrice et d'une particule TCP.

Bien que ces observations permettent de connaître la composition chimique des particules TCP, il n'est pas possible de comprendre ce qui favorise la précipitation de ces phases autour des précipités γ'_I . Par conséquent, des observations ont été réalisées au centre d'un γ'_I , dans une région particulièrement fine, afin de ne caractériser que le précipité γ'_I (Figure IV.14). **Des zones de ségrégation en Cr et en Co sont clairement présentes au sein du précipité γ'_I** , bien que ce soient des éléments durcissants de la matrice. Or, ces derniers sont également constitutifs des particules TCP. De plus, ce processus de ségrégation semble être plus important le long des dislocations dites immobiles, présentes dans le précipité γ'_I , du fait de leur caractère "anguleux". Une cartographie chimique très localisée a été réalisée au sein d'un précipité γ'_I au niveau de telles zones ségrégées (Figure IV.15).

La comparaison de ces analyses avec celles réalisées sur l'état de référence montre que la ségrégation en Cr et en Co au sein des précipités γ'_I est directement associée au sur-
vieillessement. De plus, cette ségrégation est plus marquée vers l'interface matrice/ γ'_I , probablement en raison des dislocations immobiles au sein des précipités γ'_I qui favorisent la diffusion de ces espèces chimiques (Figure IV.16).

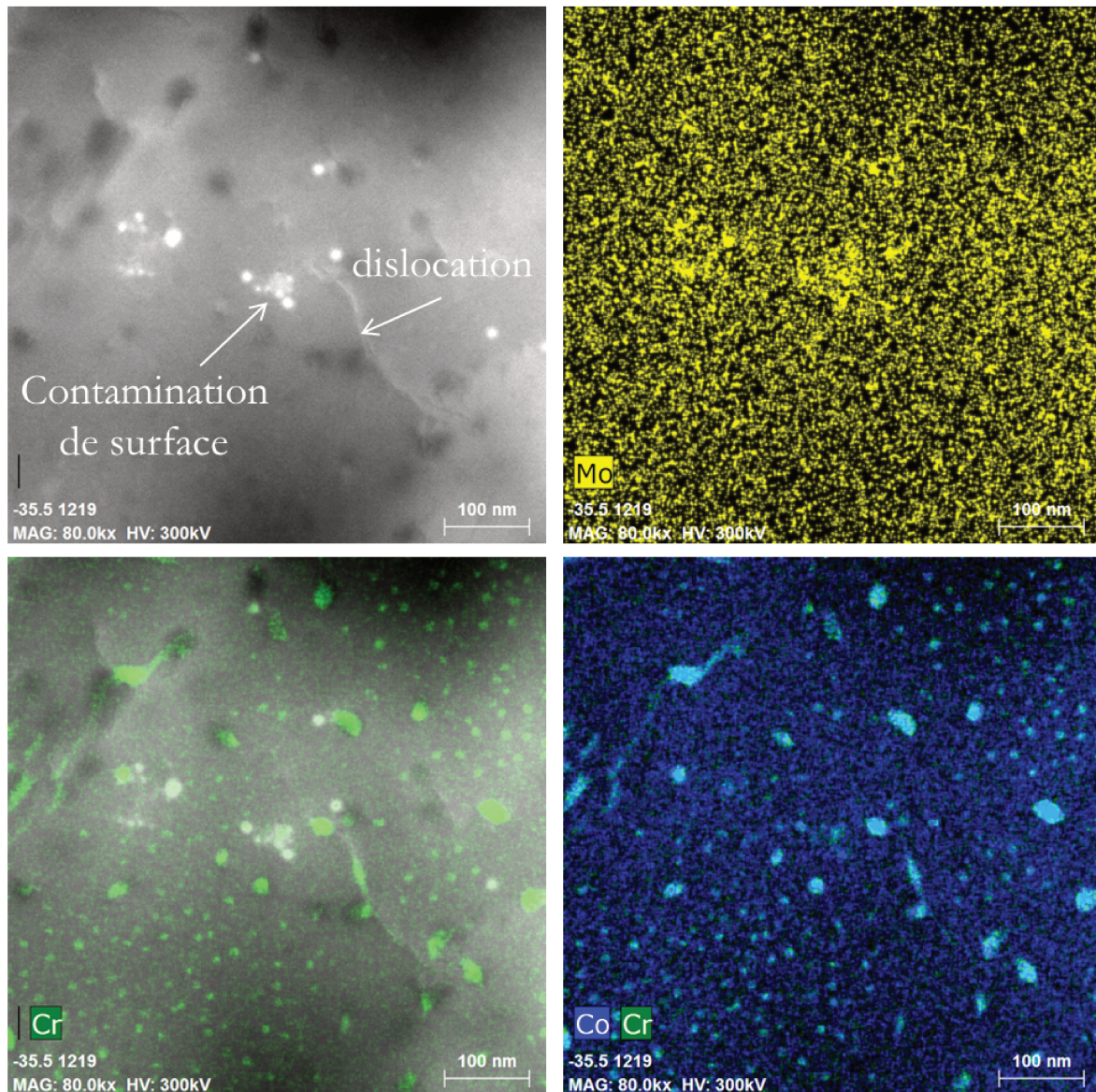


Figure IV.14 – Ségrégation de Cr et Co au sein d'un précipité γ'_1 .

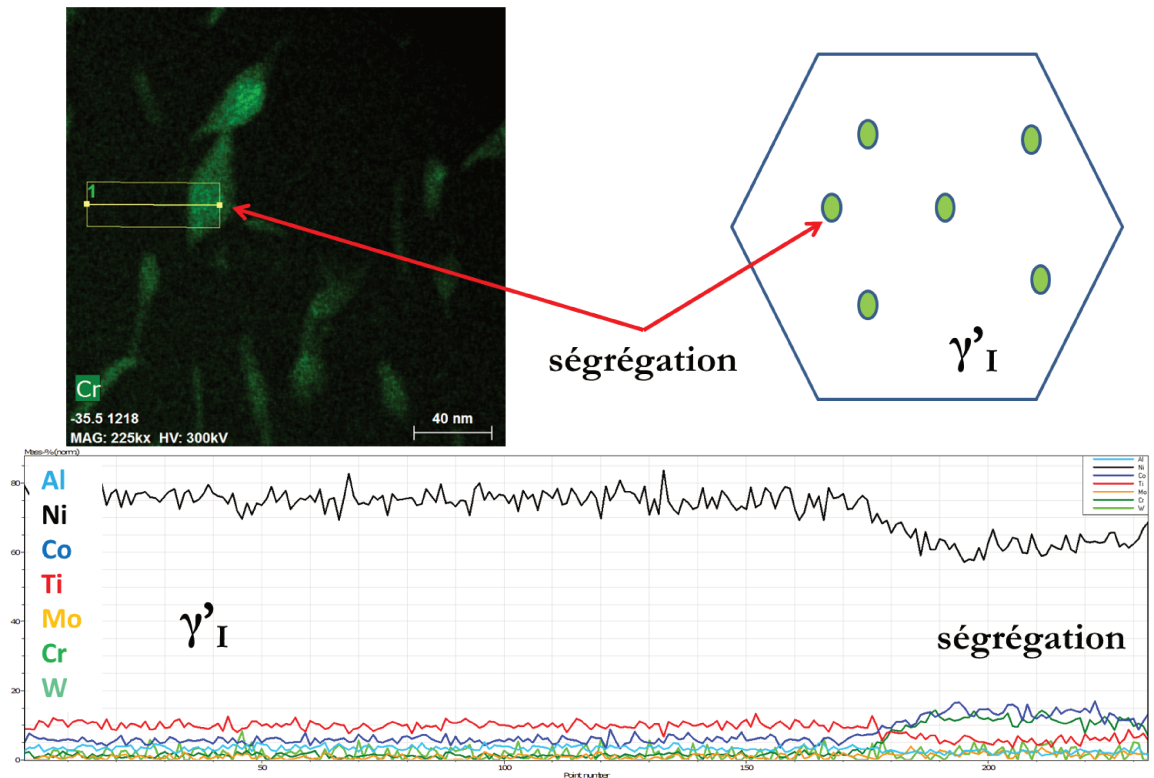


Figure IV.15 – Caractérisation des gradients chimiques de part et d'autre d'un précipité γ'_I . Ségrégation de Cr et Co au sein du précipité γ'_I .

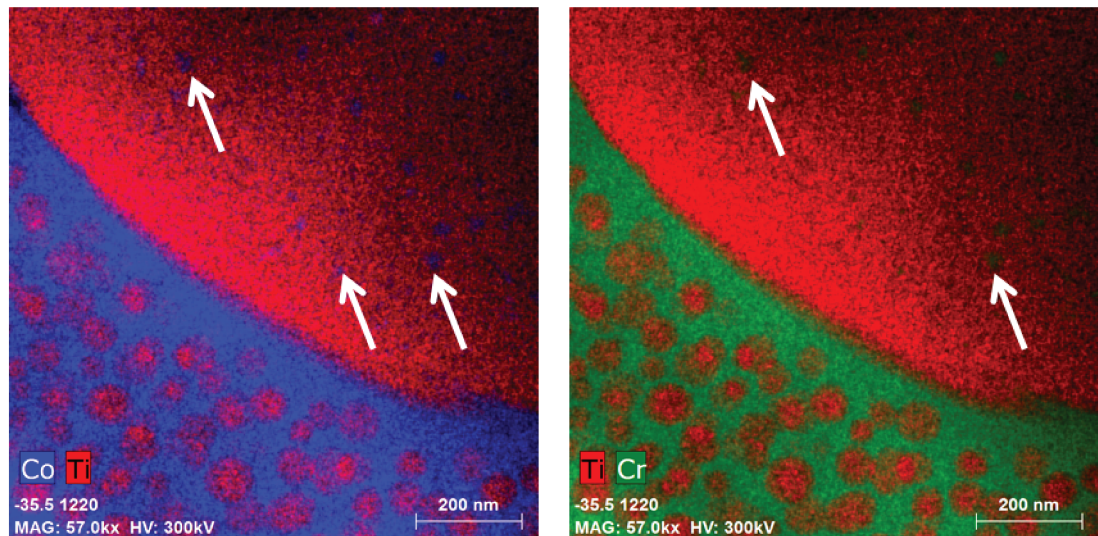


Figure IV.16 – Ségrégation de Cr et de Co (pointées par les flèches blanches) proches de l'interface γ'_I /matrice/ γ'_{II} .

Enfin, l'observation des joints de grains dans l'état sur-vieilli révèle une forte concentration en Mo le long de ces derniers (Figure IV.17), ce qui n'était pas le cas dans l'état de référence. Élément présent dans les phases TCP, le molybdène est un élément chimique initialement présent dans la matrice avec un rôle de durcissement par solution solide.

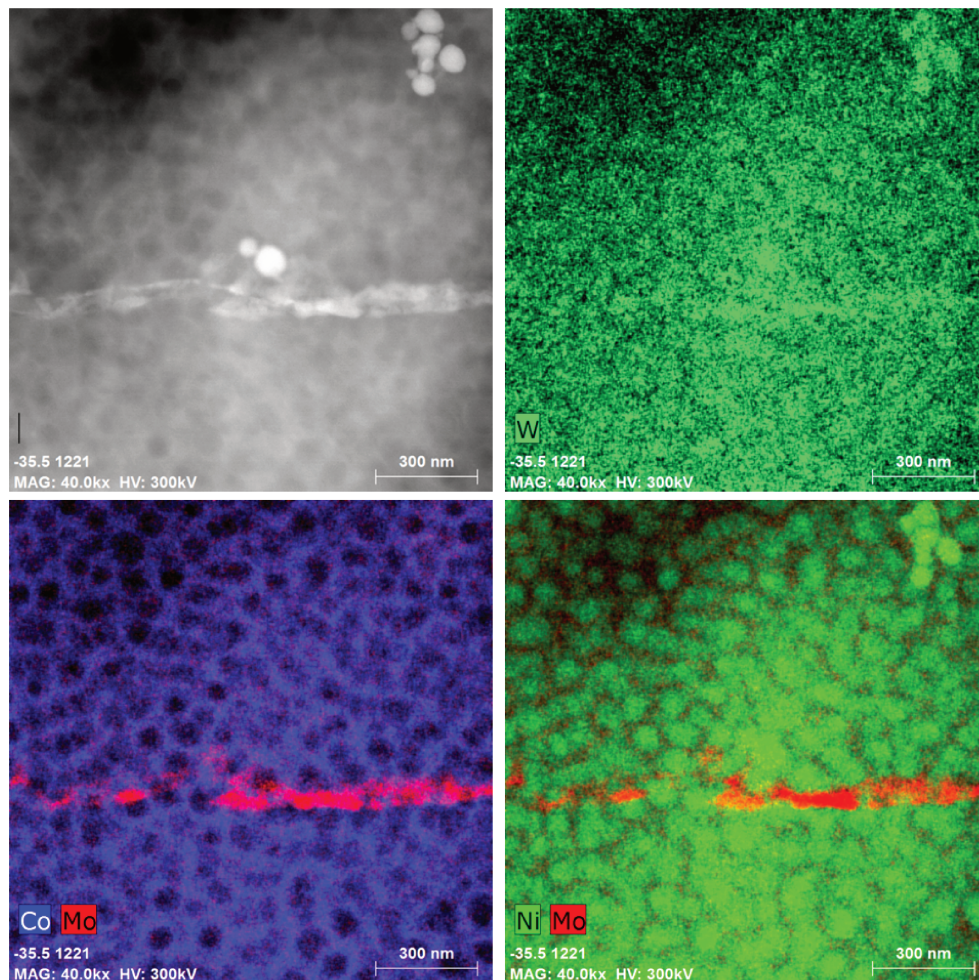


Figure IV.17 – Ségrégation préférentielle de Mo aux joints de grains après sur-vieillissement à 800°C.

En conclusion, ces différentes observations montrent que le sur-vieillissement conduit à deux processus :

- La formation de sous-domaines riches en Cr et en Co au sein des précipités γ'_1 et diffusant probablement vers l'interface avec la matrice.
- La diffusion préférentielle de Mo de la matrice vers les joints de grains.

Les sous-domaines riches en Cr et Co au sein des précipités γ'_1 ont une composition chimique très proche de celle de la matrice γ . Autrement dit, une nucléation de "particules γ " au sein des précipités γ'_1 est observée après sur-vieillissement. Une telle transformation à l'état solide a déjà été observée dans le N18 après vieillissement de 300h à 785°C (Figure IV.18) et dans d'autres superalliages [Miller *et al.*, 2007] [Cadel *et al.*, 2002]. Ces particules γ de 200 nm de diamètre environ et cohérentes avec le précipité γ'_1 , ne seraient pas constituées de phase ordonnée de type Ni_2Cr ou Ni_3Cr [Flageolet, 2005]. D'après l'étude de Flageolet *et al.*, ce phénomène résulterait d'un rejet à partir des précipités γ'_1 d'éléments γ -gènes sursaturés, hérités de la solidification du lingot ou du forgeage.

Par conséquent, la formation de phases TCP autour des précipités γ'_1 et le long des

joints de grains peut être favorisée par la diffusion de ces espèces chimiques au cours du sur-vieillissement (Figure IV.19). En effet, il a déjà été observé dans un superalliage monocristallin de composition proche de celle du CMSX-4 qu'une ségrégation d'espèces chimiques constitutives de phases TCP favorise leur précipitation au cours d'un sur-vieillissement thermique ou thermomécanique [Ur Rehman *et al.*, 2015].

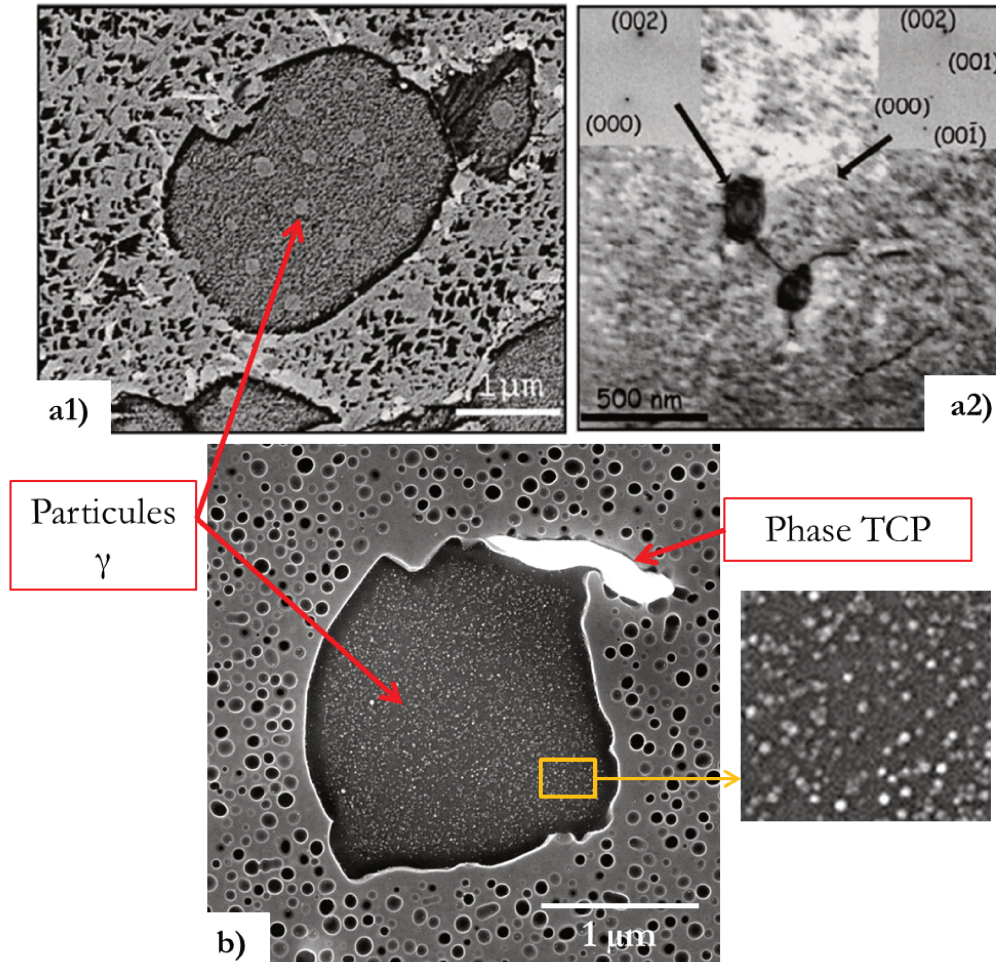


Figure IV.18 – Particules γ observées au MEB (a1) et au MET en champ clair (a2) dans les précipités γ'_I après 300h de vieillissement à 785°C dans le N18 [Flageolet, 2005]. Particules observées dans le René 65 au MEB-FEG après un vieillissement de 500h à 800°C (b).

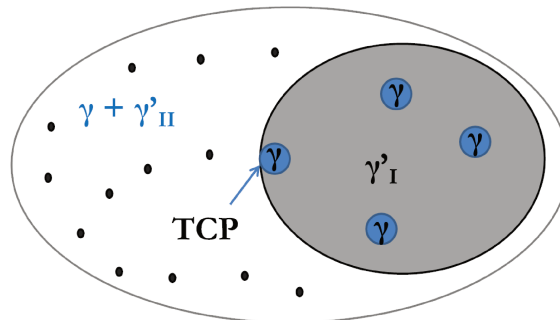


Figure IV.19 – Nucléation d'une particule TCP à l'interface précipité γ'_I /matrice grâce aux éléments γ -gènes dans le précipité γ'_I .

Le lien entre la précipitation de phases σ et μ avec ces processus de ségrégation chimique semble d'autant plus probable que la ségrégation en Cr et en Co n'est plus détectable une fois la particule TCP formée, comme le montre la Figure IV.12. De plus, la fraction surfacique de TCP reste constante même après 2000h de sur-vieillessement à 800°C (cf Chapitre II, section II.2.3.a), ce qui pourrait résulter d'un équilibre entre les particules qui se forment après 500h et celles qui se dissolvent.

IV.4 Quelles sont les répercussions des particules TCP sur l'endommagement en fluage à 700°C ?

D'après la littérature, deux mécanismes d'endommagement liés à la précipitation de particules TCP ont été recensés. Pour rappel, le premier provient de la nature fragile de ces dernières à des températures inférieures à 600°C, ce qui a pour conséquence l'empilement des dislocations et donc, *in fine*, l'amorçage de fissures [Simonetti et Caron, 1998] [Sugui *et al.*, 2010]. L'autre mécanisme, plus complexe à mettre en évidence, fait plutôt référence à l'adoucissement de la matrice puisque ces particules TCP récupèrent des éléments durcissants de la phase γ pour précipiter.

De plus, hormis la précipitation de particules TCP, le glissement intergranulaire a été reporté comme étant le mécanisme d'endommagement le plus actif pour ces conditions de sollicitation [Soula, 2008].

Précédemment, de nombreuses décohésions d'interface et fissures intergranulaires ont été observées sur des fûts des éprouvettes sur-vieilleses sollicitées en fluage à 700°C (cf Chapitre III, paragraphe III.2.4). De plus, le sur-vieillessement conduit à la diffusion de molybdène de la matrice vers les joints de grains, ce qui contribue à augmenter la ductilité de ces derniers.

Ces résultats, mis en regard de précédentes constatations faites sur d'autres superalliages base nickel, amènent alors à envisager un autre scénario impliquant davantage les joints de grains dans le processus d'endommagement : *la ségrégation de molybdène observée suite au sur-vieillessement thermique avant essai, pourrait favoriser le glissement intergranulaire dès le début de l'essai. En présence de particules TCP décorant les joints de grains, le glissement intergranulaire serait alors freiné, provoquant des décohésions aux interfaces particule TCP/matrice ou TCP/ γ' . L'amorçage de fissures serait alors la conséquence d'un glissement intergranulaire généralisé dès le début des essais de fluage sous air.*

IV.4.1 La ségrégation de molybdène favorise-t-elle le glissement intergranulaire ?

Il était nécessaire de mettre en œuvre des caractérisations spécifiques afin de savoir si le glissement intergranulaire est actif dans l'état sur-vieilli dès le début des essais de fluage grâce à la diffusion de molybdène aux joints de grains. Une première approche semi-quantitative consisterait à utiliser la technique de dépôt de microgrilles par micro-lithographie développée par l'Onera permettant de mettre en évidence la participation des joints de grains à la déformation totale [Soula, 2008]. Cette technique étant particulièrement complexe à mettre œuvre, il n'a pas été possible de l'utiliser dans le cadre de cette thèse. Une seconde approche, plus qualitative, consiste à mettre en évidence le glissement intergranulaire en réalisant un réseau de rayures longitudinales le long du fût de l'éprouvette. Si le glissement intergranulaire est actif, un déplacement du réseau de rayures peut être observé au niveau des joints de grains (pour de faibles taux de déformation plastique), dès lors que ces joints ne sont pas orientés dans l'axe de sollicitation [Soula, 2008]. Cette deuxième approche, plus simple à mettre en œuvre, a donc été retenue.

Ainsi, une éprouvette de référence et une éprouvette pré-vieillie 500h à 800°C, issues de la zone extérieure de la couronne, ont été polies au micron puis "rayées" dans le sens longitudinal de la partie utile en utilisant un papier SiC grade 4000. Ces éprouvettes ont ensuite été testées en fluage à 700°C/800MPa *sous vide* et interrompues à 1% de *déformation plastique*. La réalisation de ces essais sous vide secondaire est nécessaire afin d'éviter que l'oxydation n'interagisse avec les rayures et entraîne une rupture prématurée de l'éprouvette ou que l'oxyde recouvre le réseau de rayures intentionnellement créé. De plus, d'après les essais de traction réalisés sur la matière sur-vieillie, cette dernière est fortement sensible à l'oxydation (cf Chapitre III, paragraphe III.2.1). Ces éprouvettes ont été déformées jusqu'à un niveau de déformation totale supérieur à celui appliqué sous air afin de mieux mettre en évidence le glissement intergranulaire. Ce dernier pourrait en effet se déclencher plus tardivement sous vide (i.e en l'absence d'oxydation) que sous air.

Quelle que soit l'orientation des joints de grains et quel que soit l'état de la matière, le glissement intergranulaire ne semble pas être activé au bout de 1% de déformation totale sous vide. Par exemple, les figures IV.20.a et IV.20.b montrent que le réseau de rayures de l'éprouvette vieillie après essai n'a pas évolué, comparativement à ce qui avait été observé par exemple dans l'U720Li (Figure IV.20.c) [Billot, 2010].

De plus, le nombre de pores de décohesion observés sur les fûts des deux éprouvettes est très faible (voire quasi nul) comparativement à ceux détectés sur les éprouvettes testées sous air (Figure IV.21). Ainsi, l'oxydation joue clairement un rôle accélérateur des premiers stades d'endommagement.

Par conséquent, l'amorçage de fissures lié à la présence de particules fragiles TCP n'a pas pu être mis en évidence. Or, d'après les résultats de fluage sous air menés sur la matière

sur-vieillie 500h à 800°C (Figure IV.22), 1% de déformation est une condition suffisante pour observer les premiers stades d'endommagement et une nette différence de vitesse de fluage. Par conséquent, ce résultat soulève la question suivante : les particules TCP sont-elles réellement fragiles et/ou endommageantes à 700°C et sont-elles directement responsables de la différence de comportement viscoplastique ?

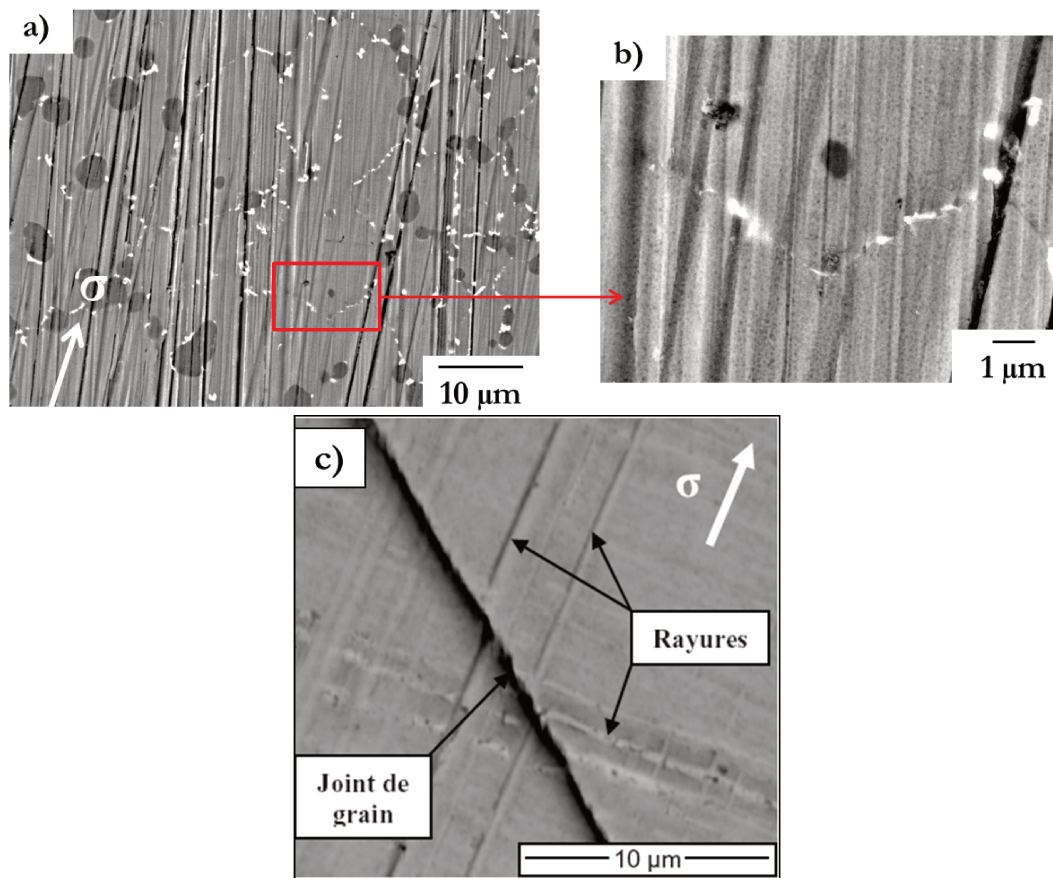


Figure IV.20 – Images prises au MEB-FEG du fût de l'éprouvette vieillie 500h/800°C après essai de fluage à 700°C/800 MPa (a). La figure (b) représente un joint de grains décoré de particules TCP. La figure (c) met en évidence le glissement intergranulaire dans l'U720Li avec cette méthode après un essai interrompu à 0,5% de fatigue-fluage (700°C-800 MPa, $\Delta t=10s$) [Billot, 2010].

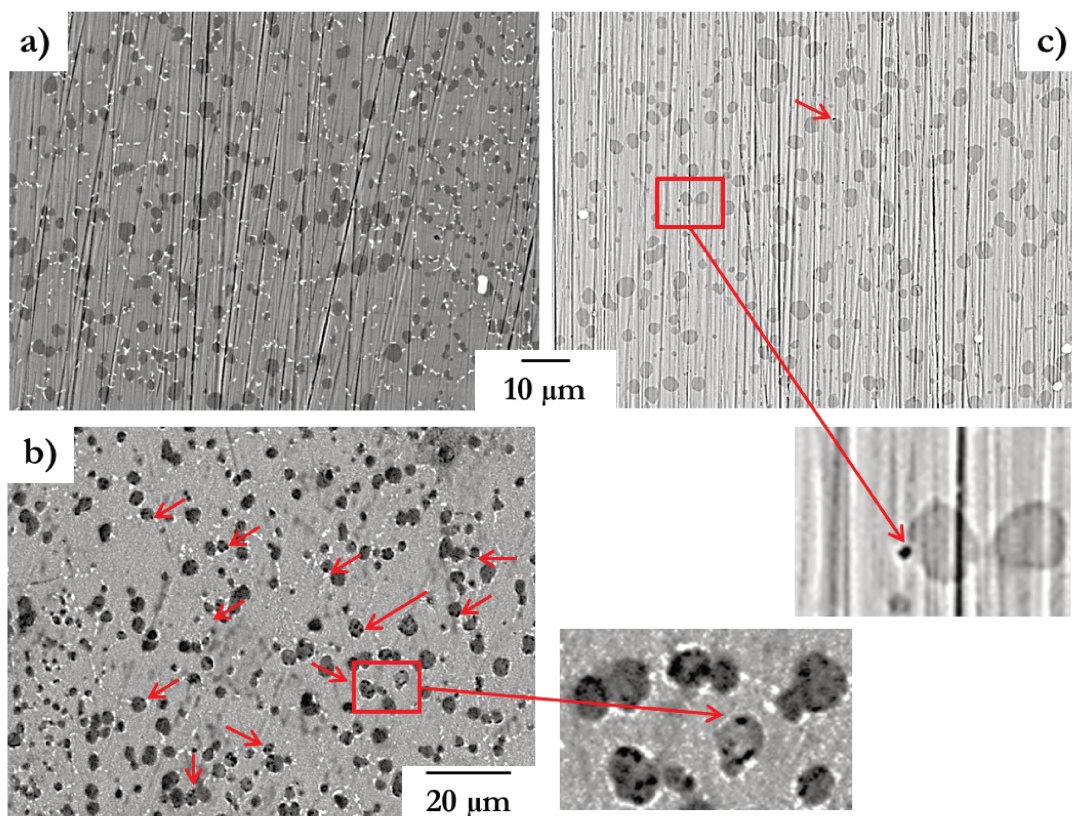


Figure IV.21 – Fûts des éprouvettes vieilles 500h/800°C après essais de fluage interrompus à 1% de déformation à 700°C/800MPa (a) sous vide et (c) sous air. (c) Fût de l'éprouvette de référence correspondant.

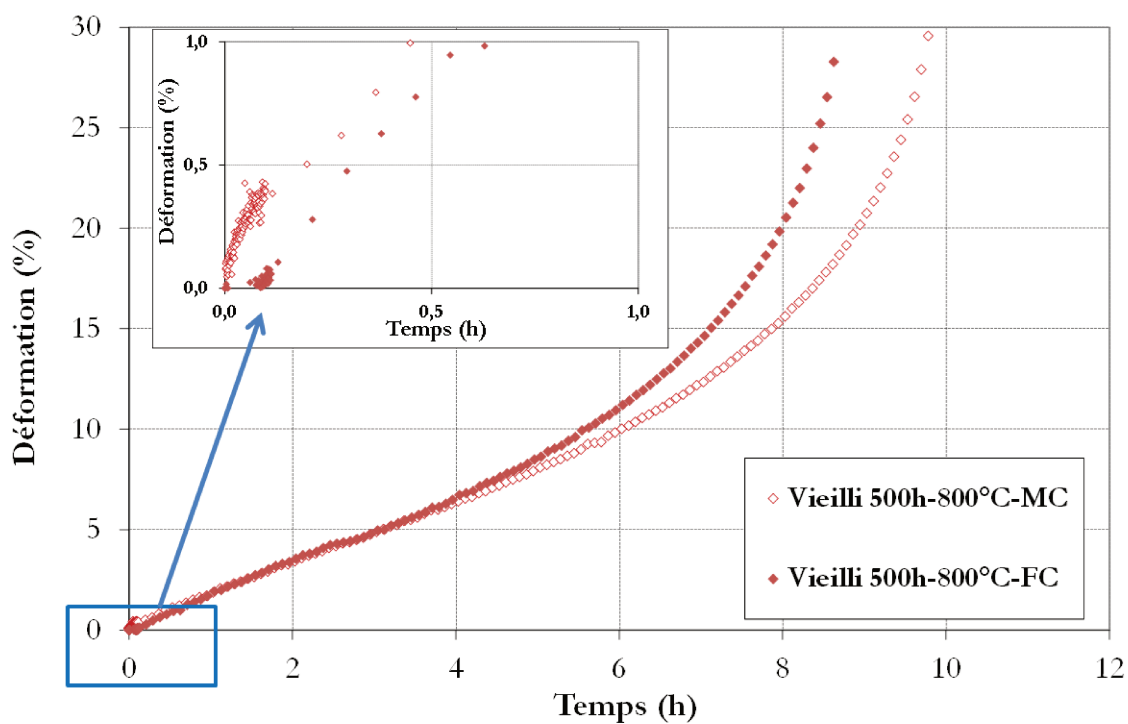


Figure IV.22 – Courbes de fluage à 700°C/800 MPa de l'état sur-vieilli 500h à 800°C

IV.4.2 Les particules TCP sont-elles fragiles à 700°C ?

Les particules TCP sont surtout connues pour être fragiles à température ambiante et ainsi affecter la ténacité des superalliages [Wang *et al.*, 2010] [Tawancy, 1996] [Yang *et al.*, 2006].

C'est pourquoi, des essais Charpy à l'ambiante ont été réalisés sur l'état de référence, ainsi que sur les états sur-vieillis 100h et 500h à 800°C. Quinze ébauches (de dimensions 55x10x10 mm³) ont été prélevées dans la couronne de référence afin de réaliser les traitements thermiques de sur-vieillissement. Puis des entailles en V de profondeur 2mm ont été réalisées selon le plan ci-dessous (Figure IV.23).

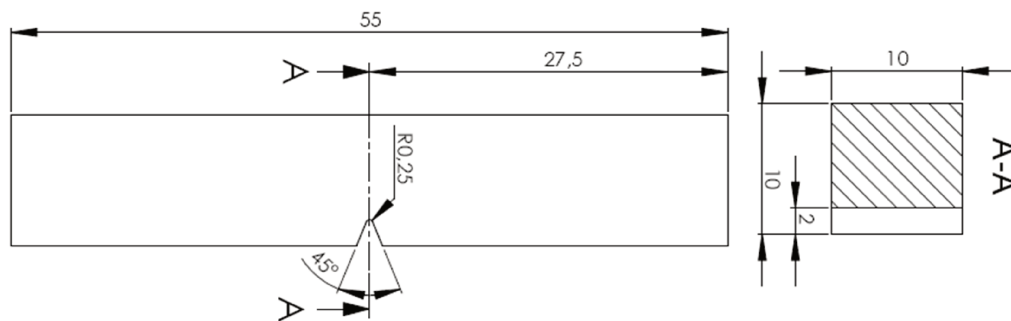


Figure IV.23 – Schéma des éprouvettes de résilience.

À partir de ces essais classiques, deux paramètres peuvent être calculés : l'énergie de rupture $K(v)$ (en J) et la résilience $KC(v)$ (en J/cm²). L'énergie de rupture $K(v)$ des éprouvettes a été calculée via la relation qui lie les positions du mouton Charpy avant et après rupture :

$$K(v) = mg(h_0 - h_f) \quad (IV.4)$$

Avec h_0 et h_f hauteurs initiale et finale respectivement.

La résilience est quant à elle calculée à partir de l'énergie de rupture rapportée à la surface sous entaille, qui est ici de 0,8 cm².

Les énergies de rupture et la résilience obtenues pour chaque état de la matière sont résumées dans le tableau IV.2. Clairement la résilience KC des états vieillis est plus faible que dans l'état de référence, malgré le fait que les joints de grains soient davantage ductiles à 700°C, et probablement à température ambiante, à cause de la ségrégation en molybdène. Cet abattement est d'autant plus marqué que la fraction des particules TCP est grande. Par conséquent, **le sur-vieillissement rend bien le matériau plus fragile à basse température**. L'observation des faciès de rupture des éprouvettes de l'état sur-vieilli 500h à 800°C montre que les particules TCP présentent effectivement un caractère fragile car elles contiennent quasiment toutes des fissures internes (pointées par les flèches rouges sur les figures IV.24.a et b). Ceci corrobore les observations de Simonetti et Caron sur des monocristaux de MC2. En effet, dans leur étude, de multiples fissures internes dans des aiguilles de phase μ ont été observées après des essais Charpy ainsi qu'après des essais de traction à température ambiante [Simonetti et Caron, 1998]. À l'inverse, Yang *et al.* n'ont pas observé de fissure

Éprouvettes	K(v) (J)	KC(v) (J/cm ²)	KC(v) moy (J/cm ²)	Écart-type
Référence	35,6	44,5	44	4,6
	35,2	44,0		
	35,4	44,2		
	35,2	44,0		
	36,2	45,3		
Vieilli 800°C/100h	27,6	34,5	37	9,3
	28	35,0		
	28,6	35,8		
	28,4	35,5		
	29,8	37,3		
Vieilli 800°C/500h	21,2	26,5	27	5,2
	20,4	25,5		
	21,6	27,0		
	21,4	26,8		
	21,4	26,8		

Tableau IV.2 – Impact de la fraction des particules TCP sur la ténacité du René 65 à température ambiante

interne au niveau de plaquettes ou aiguilles de phase μ , ni de décohésion aux interfaces μ /matrice dans le superalliage K465, suite à des essais de traction à l'ambiante et à haute température [Yang *et al.*, 2006].

Étant donné les divergences de résultats concernant la nature des particules TCP à température ambiante ainsi qu'à hautes températures, des observations ont également été réalisées sur deux éprouvettes sur-vieillies 500h à 800°C qui ont subi un essai de fluage à 700°C/800 MPa et un essai de traction à 700°C avec une vitesse de déformation élevée. Les observations à cœur de l'éprouvette sollicitée en traction n'ont révélé aucune fissure (Figure IV.24.c). En revanche, quelques fissures internes ont été observées dans l'éprouvette sollicitée en fluage à 700°C (Figure IV.24.d). En conclusion, il y a donc nettement moins de fissures internes dans les particules TCP à 700°C qu'à température ambiante. Ces particules apparaissent davantage fragiles à température ambiante qu'à 700°C, ce qui corrobore l'étude réalisée sur plusieurs monocristaux [Simonetti et Caron, 1998]. Les conditions de fluage et de traction appliquées à 700°C ne sont vraisemblablement pas suffisantes pour provoquer des ruptures fragiles au sein de ces particules.

En conclusion, les nombreuses décohésions d'interfaces observées après fluage à 700°C au niveau des précipités γ'_I ne résulteraient pas de l'action combinée du glissement intergranulaire et de la fragilité supposée des particules TCP. Ce scénario est d'autant plus mis en défaut que les particules TCP s'avèrent être davantage fragiles à température ambiante qu'à 700°C. De plus, le nombre de pores de décohésion observés est sensiblement plus faible sur les éprouvettes testées sous vide que sur celles testées sous air. Ce dernier point suggère un rôle fort de l'oxydation dans les processus d'endommagement impliquant les phases TCP.

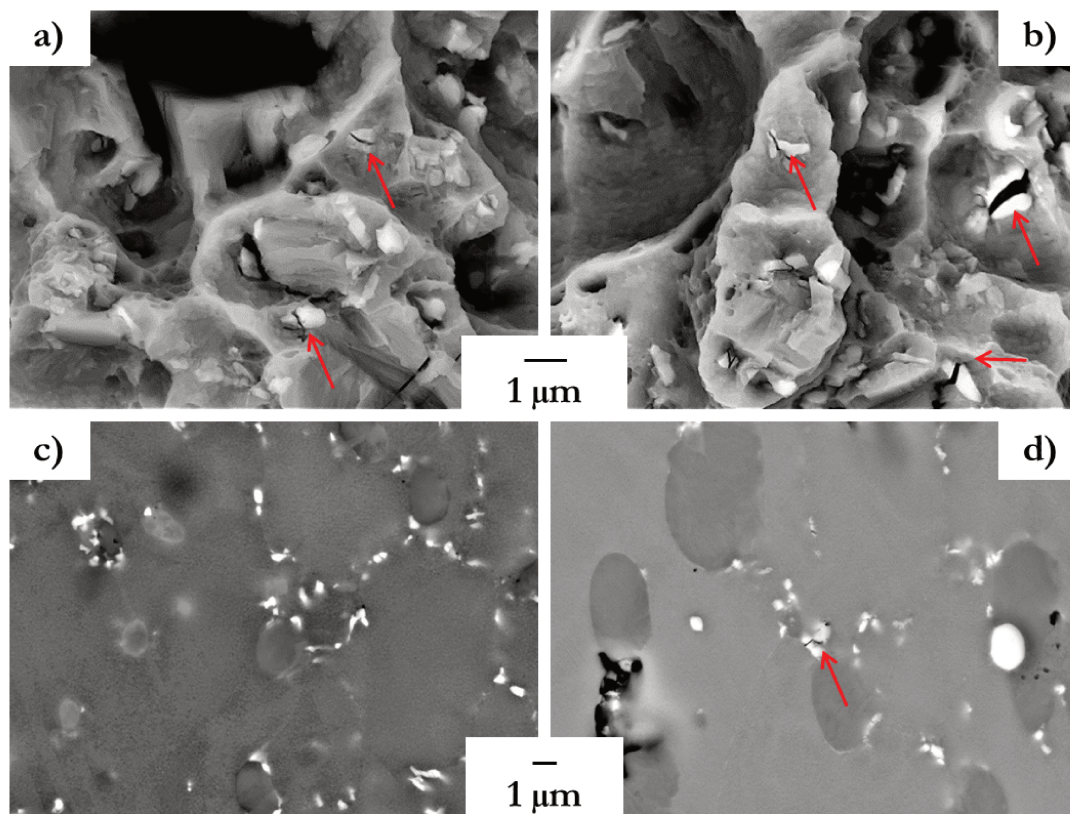


Figure IV.24 – Présence de fissures au sein des particules TCP dans l'état sur-
vieilli 500h/800°C après des essais Charpy à température am-
biente (a,b) et après un essai de fluage à 700°C/800MPa (d). Au-
cune fissure est observée après un essai de traction à 700°C, $\dot{\epsilon} = 5.10^{-3}\text{s}^{-1}$ (c). Les flèches rouges pointent les fissures au sein des
particules TCP.

IV.5 Synthèse et discussion

Ce chapitre avait pour objectif de mieux comprendre le rôle des particules TCP sur le comportement et l'endommagement en fluage à 700°C du René 65. Des observations réalisées en microscopie électronique à balayage et en transmission ainsi que les analyses EDS ont permis d'étudier successivement quelques hypothèses quant à l'impact des particules TCP sur le comportement mécanique et d'éliminer certains scénarii :

- Les particules TCP ne semblent pas être des sources avérées de dislocations et n'ont pas un rôle significatif sur les mécanismes de déformation en fluage à 700°C. Les modes de déformation, au voisinage des joints de grains et des particules TCP dans l'état vieilli, ne semblent pas différer de ceux observés dans l'état de référence.
- La ségrégation de molybdène aux joints de grains suite au sur-vieillissement thermique avant essai ne favorise pas le glissement intergranulaire dès le début des essais, et par voie de conséquence, ne conduit pas aux décohésions d'interfaces

TCP/matrice ou TCP/ γ'_I du fait du caractère assez ductile des particules TCP à 700°C.

- Les décohésions d'interface autour des précipités γ'_I semblent être davantage sensibles à l'oxydation. Cela diminue donc le rôle des particules TCP initialement supposé sur l'amorçage des fissures.

Ces résultats indiquent que les particules TCP ne sont donc pas directement responsables de l'abatement des propriétés viscoplastiques à 700°C pourtant observé macroscopiquement.

Ainsi, par élimination, la dernière piste de réflexion qui pourrait justifier l'abatement des propriétés mécaniques en fluage (et en fatigue-temps de maintien) à 700°C, serait la ségrégation chimique au voisinage des joints de grains (ségrégation de molybdène) ou au voisinage des particules TCP. Cette ségrégation chimique localisée aux joints de grains implique un abaissement du durcissement par solution solide de la matrice, et donc, une plus forte mobilité intrinsèque des dislocations dans la phase γ . Cet effet se manifeste sur une certaine épaisseur dans le grain, en partant des joints de grains, et cette épaisseur est d'autant plus grande que le vieillissement est long (Figure IV.25). Les propriétés de la matrice seraient donc moindres le long des joints de grains et autour des particules TCP. Pour rappel, ce mécanisme a déjà été mentionné dans la littérature mais il reste toutefois difficile à mettre en évidence.

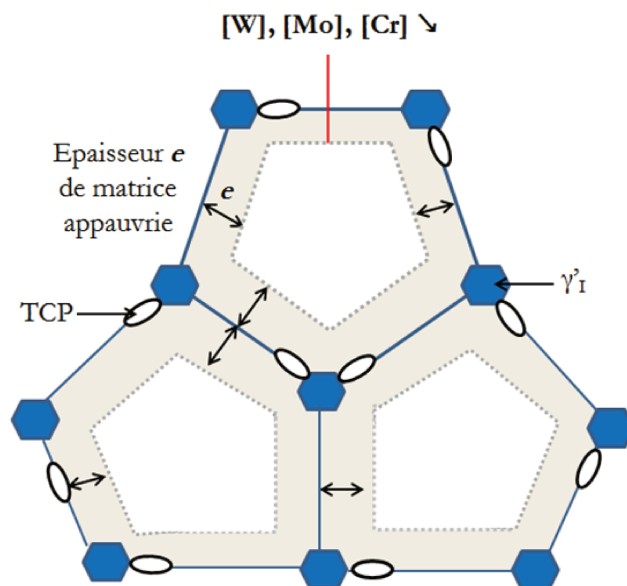


Figure IV.25 – Appauvrissement en éléments durcissants de la matrice au niveau des joints de grains et des précipités γ'_I à cause de la précipitation des particules TCP.

Cette piste de réflexion a d'autant plus de sens que :

- Les mécanismes de déformation à cœur de grain et au niveau des particules TCP sont sensiblement identiques. Cela indique alors que la présence de particules TCP affecte

la vitesse de déplacement des dislocations au sein de la matrice adoucie, ce qui est impossible à mettre en évidence avec les observations post mortem en transmission après essai. Des essais de déformation *in-situ* à chaud sous MET seraient nécessaires pour vérifier cela.

- La taille des grains moyenne dans le René 65 est relativement faible, de l'ordre de 10 μm . Par conséquent la densité des joints de grains est très grande, signifiant que le volume de matrice affecté est lui aussi conséquent (elle pourrait même se généraliser au grain entier si ce dernier est très petit). Cela justifierait la forte vitesse de déformation dès le début des essais des éprouvettes sur-vieillies (cf Figure IV.22). Des analyses (essais et caractérisations) de même nature mais réalisées sur une microstructure de René 65 à plus grande taille de grains seraient très utiles de ce point de vue.
- L'adoucissement de la matrice généralisé aux joints de grains expliquerait également la forte ductilité des éprouvettes sur-vieillies (cf Chapitre III, paragraphe III.2.1).

Afin de valider au moins qualitativement ces deux dernières hypothèses, quelques essais ont été réalisés sur des échantillons de René 65 traités *supersolvus*. Ainsi, la taille de grains étant beaucoup plus grande (~ 200 à $400 \mu\text{m}$, voir Figure IV.26.a), le volume de matrice affecté par les ségrégations chimiques devrait avoir un faible impact sur le comportement mécanique. Pour ce faire, 4 éprouvettes issues de la couronne laminée brut de forge ont été traitées *supersolvus* afin de diminuer la densité des joints de grains et l'une d'entre elles a été sur-vieillie 500 heures à 800°C . Les traitements thermiques réalisés sont regroupés dans le tableau IV.3.

MS	\dot{T}_c ($^\circ\text{C}/\text{min}$)	Revenu	Vieillissement
1120 $^\circ\text{C}/4\text{h}$	10	760 $^\circ\text{C}/8\text{h}$	-
	357 (trempe air)		-
	7123 (trempe huile)		-
	357 (trempe air)		500h/800 $^\circ\text{C}$

Tableau IV.3 – Traitements thermiques *supersolvus* réalisés sur des ébauches issues du brut de forge

N.B : Le revenu de 760 $^\circ\text{C}/8\text{h}$ /trempe air, systématiquement appliqué sur la matière subsolvus, ne s'avère pas être un choix judicieux en ce qui concerne les traitements thermiques supersolvus pour affiner la microstructure de précipitation. Un double revenu à différentes températures est souvent plus adapté : le revenu à plus haute température sert à faciliter la précipitation de carbures et de borures aux joints de grains (ce qui permet de renforcer la résistance en fluage à chaud), et le second revenu a pour vocation de faire grossir les plus petits précipités intragranulaires [Zhou et al., 2001].

La figure IV.26 présente à la fois le squelette granulaire obtenu avec cette mise en solution *supersolvus* ainsi que les microstructures de précipitation selon les vitesses de refroidisse-

ment. La figure IV.27 montre l'effet du sur-vieillissement thermique sur la microstructure à gros grains.

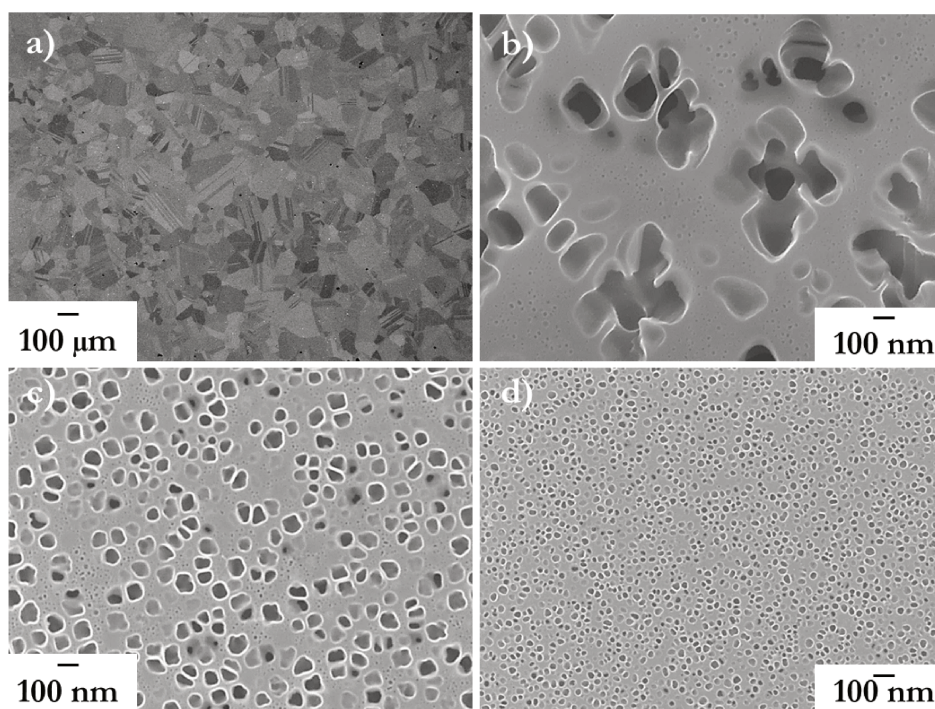


Figure IV.26 – Microstructures de précipitation selon les vitesses de refroidissement post MS *supersolvus* de (b) 10°C/min (c) trempe air (d) trempe huile, avec (a) Squelette granulaire "Gros grains".

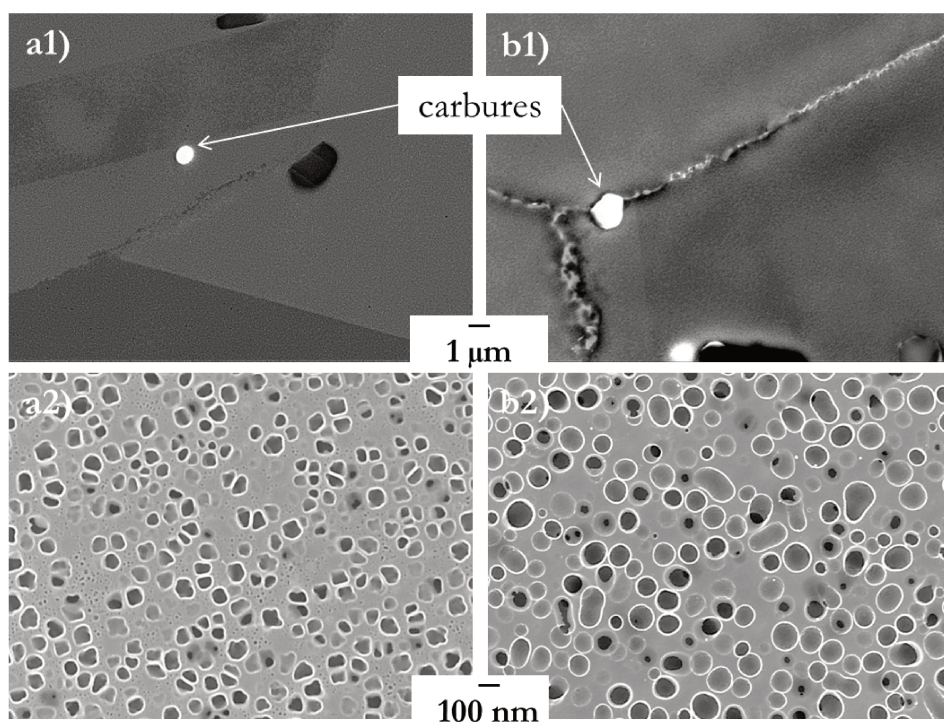


Figure IV.27 – Observations au niveau des joints de grains de la précipitation intragranulaire des éprouvettes traitées 1120°C/4h/trempe air (a) sans sur-vieillissement et (b) avec un sur-vieillissement de 500h/800°C

Par définition, réaliser un traitement thermique *supersolvus* conduit à la dissolution quasi totale des précipités intergranulaires γ'_I , permettant la croissance des grains. Ainsi, davantage d'éléments γ' -gènes ont été dissous dans la matrice qu'après un traitement thermique *subsolvus*. Par conséquent, la chimie de l'alliage est légèrement différente.

De plus, la figure IV.27.b1 montre que le sur-vieillissement de 500h à 800°C conduit à la précipitation, non pas de particules, mais d'un liseré blanc (riche en éléments lourds) le long des joints de grains. Ainsi, sur-vieillir 500h à 800°C une microstructure traitée *supersolvus* ne conduit probablement pas à la précipitation de phases TCP de type σ et μ . Néanmoins, ce sur-vieillissement devrait en toute logique permettre la diffusion de Mo présent dans la matrice vers les joints de grains, adoucissant ainsi la matrice très localement comparativement à la taille de grains dans ces échantillons.

Ces éprouvettes ont ensuite été testées en fluage à 700°C/800 MPa (les informations relatives à ces essais sont fournies en Annexe B). La figure IV.28 présente les vitesses minimales de fluage en fonction du diamètre moyen des précipités γ'_{II} au sein de ces éprouvettes. Sont ajoutés à cette figure les précédents résultats obtenus sur de la matière traitée *subsolvus*.

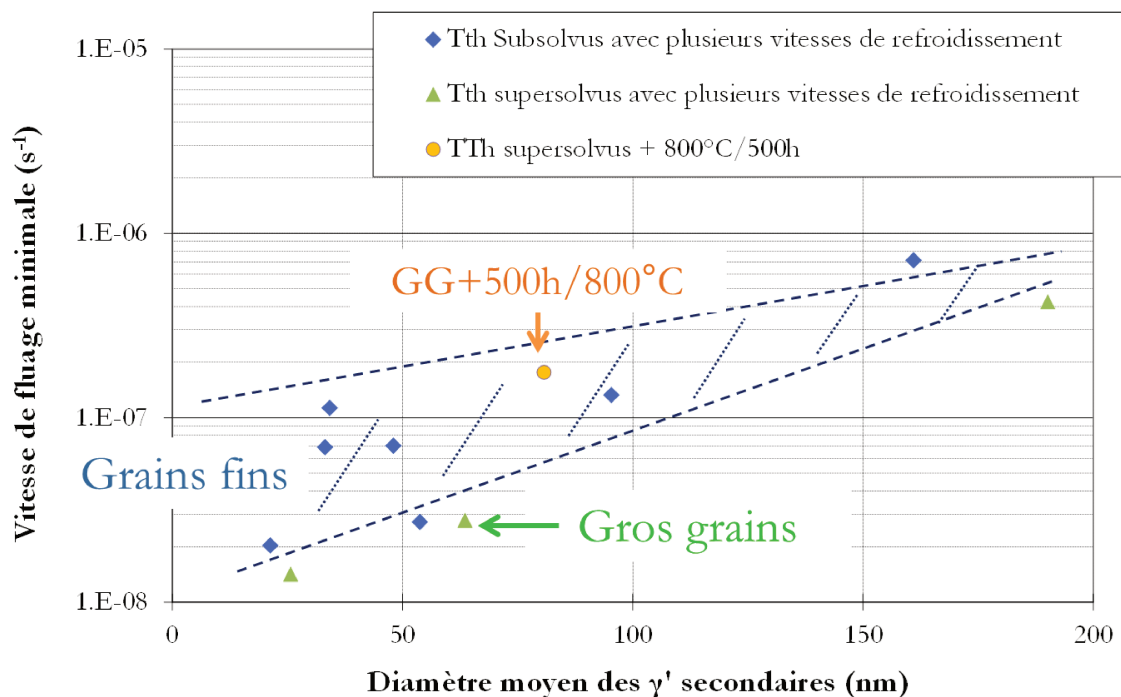


Figure IV.28 – Vitesses de fluage minimales à 700°C/800 MPa en fonction du diamètre moyen des précipités γ'_{II} . Essais réalisés sur de la matière traitée *supersolvus* et comparaison aux résultats obtenus sur de la matière traitée *subsolvus*.

Tous les diamètres moyens de la précipitation γ' au sein des éprouvettes traitées *supersolvus* ont été mesurés par traitement d'images, hormis pour l'éprouvette refroidie 10°C/min. Pour cette dernière, le diamètre moyen n'a pu être obtenu via le traitement d'images standard

à cause de la morphologie en forme de "choux-fleur" des γ'_{II} . Le diamètre moyen a donc été calculé grâce au modèle LSW et à la loi puissance reliant le diamètre des précipités à la vitesse de refroidissement post MS *supersolvus* établie précédemment (cf Chapitre II, Figure II.36).

D'après la figure IV.28, le **sur-vieillissement de 500h/800°C sur la matière traitée *supersolvus* ne semble pas affecter la vitesse de fluage, contrairement au cas traité *subsolvus*. Cela tend à prouver que l'adoucissement de la matrice le long des joints de grains est responsable de l'abatement des propriétés mécaniques pour les microstructures à grains fins.**

Cette conclusion permet également d'expliquer que les fissures secondaires intergranulaires observées le long du fût des éprouvettes sur-vieillies sollicitées en fluage sont beaucoup moins ouvertes et nombreuses dans les zones à grains fins qu'à gros grains (figure IV.29).

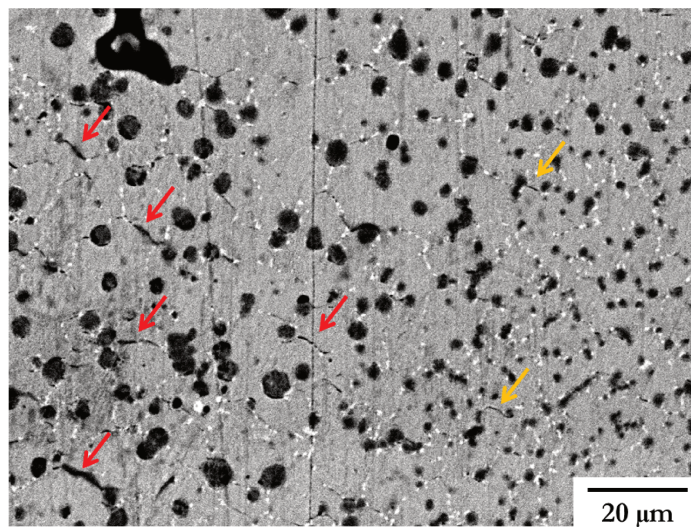


Figure IV.29 – Fissures dans les zones à grains fins (flèches jaunes) et dans les zones à gros grains (flèches rouges) sur l'éprouvette vieillie et déformée en fluage à 700°C/800 MPa jusqu'à 5%.

Ce résultat est également cohérent avec le fait que la fraction des particules TCP évaluée dans les zones à grains fins est deux fois plus grande que celle dans les zones à gros grains. Ainsi, la matrice est davantage adoucie dans les zones à grains fins. L'abatement des propriétés mécaniques de la matrice peut éventuellement se généraliser sur toute la zone compte tenu de la finesse des grains. Par conséquent, les zones à grains fins fluent plus vite que les zones à gros grains. Ces derniers subissent alors une surcharge mécanique par perte de section portante induite par le fluage plus rapide dans les zones à grains fins, conduisant à l'amorçage de fissures intergranulaires. Ce résultat est d'autant plus plausible qu'il a déjà été observé dans des microstructures duales (i.e. avec gradient de taille de grain) d'U720Li que l'amorçage de fissures par fluage s'effectue systématiquement dans les zones à gros grains [Taboada Michel *et al.*, 2016].

Afin de compléter cette démonstration, des analyses de nano-indentation réalisées au voisinage des particules TCP permettraient de mettre en évidence un gradient de dureté de

la matrice. À ce jour, seuls Ur Rehman *et al.* ont mené des analyses de nano-indentation sur de la phase μ dans un superalliage monocristallin [Ur Rehman *et al.*, 2015]. Ce matériau contient des aiguilles de phase μ dans les zones dendritiques grâce à la ségrégation de Re au cours de la solidification de l'alliage. Cependant, aucun gradient de dureté de la matrice au voisinage des aiguilles de phase μ n'a pu être mis en évidence, bien que des analyses EDS aient montré que la matrice contient moins d'éléments durcissants (W, Re, Mo, Cr) dans les zones dendritiques que dans les zones interdendritiques. Ces analyses auraient été réalisées quasiment à l'équilibre thermodynamique, ce qui peut expliquer leurs résultats. Ainsi, la technique de nano-indentation pourrait fournir des informations sur les propriétés mécaniques des particules TCP et de la matrice avoisinante, si les conditions d'équilibre ne sont pas atteintes.

Des analyses de ce type ont été tentées à l'Institut Pprime en collaboration avec C. Tromas dans le but de mesurer une différence de dureté de la matrice au voisinage des joints de grains/TCP par rapport à celle à cœur de grains. Comme la capacité de repositionnement de l'appareil ne permet pas de mesurer la dureté à un endroit souhaité, il est courant de réaliser un réseau d'empreintes. Une cartographie a ainsi obtenue (avec un pas d'1 μm) après polissage mécano-chimique d'un échantillon sur-vieilli 500h à 800°C (Figure IV.30). Les détails concernant le polissage mécano-chimique appliqué sont fournis en Annexe A.

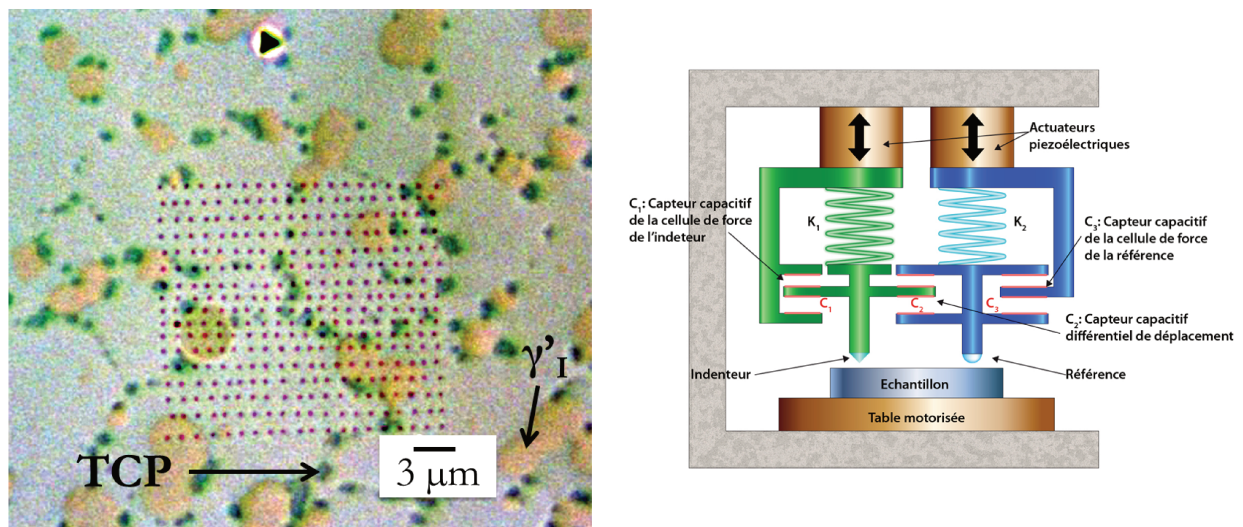


Figure IV.30 – Observation en microscopie optique (à gauche) d'un réseau d'empreintes réalisé sur un échantillon sur-vieilli 500h à 800°C après polissage mécano-chimique via un indenteur Berkovich U-NHT de Anton Paar (à droite)

La statistique obtenue via les valeurs de dureté mesurées renvoie deux pics de distincts (Figure IV.31). Le premier pic à 6,7 GPa en moyenne fait référence à la dureté de la matrice à cœur de grain, le second pic (à 8,5 GPa) à celle des précipités intergranulaires γ'_I . Les valeurs de dureté supérieures à 9,5 GPa ont été relevées sur des particules TCP, prouvant bien que ces particules sont plus dures que les phases γ et γ' . Ensuite, pour déterminer si la matrice est localement adoucie au voisinage des joints de grains/TCP, il est nécessaire

d'analyser les empreintes de ce réseau au cas par cas.

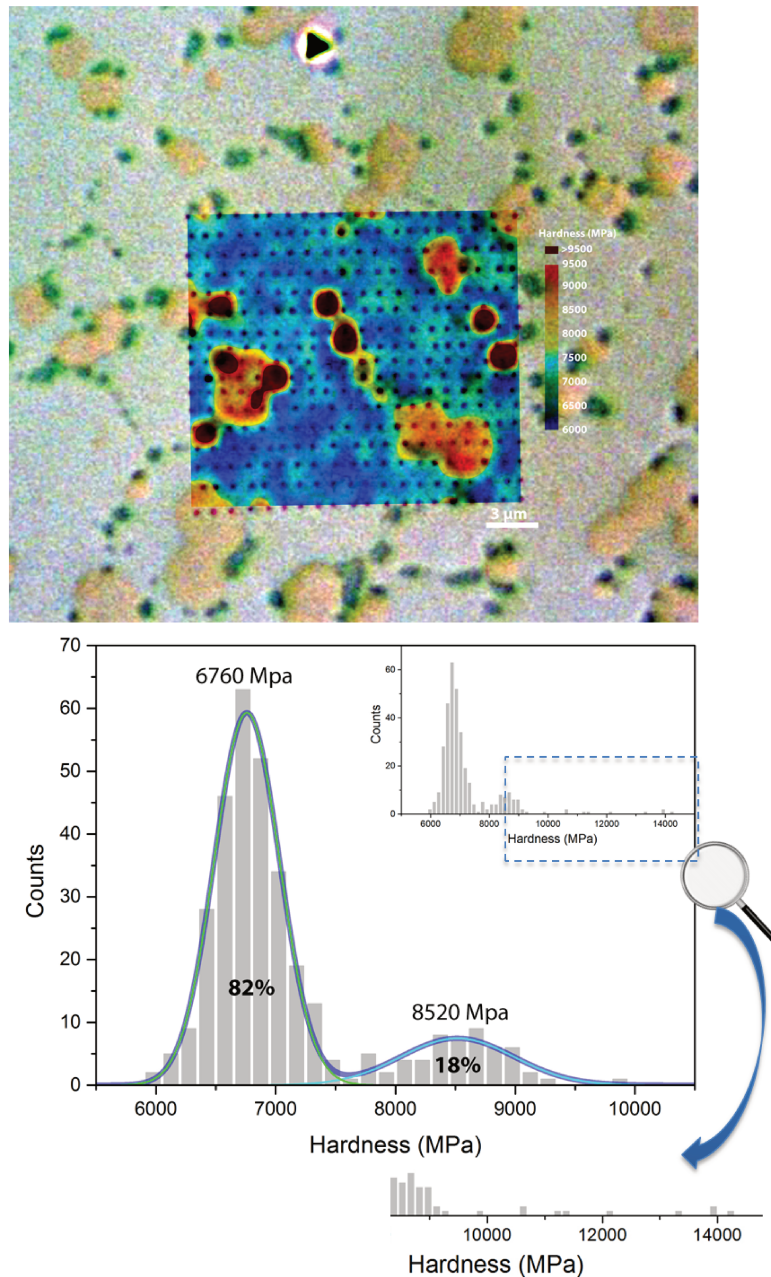


Figure IV.31 – Analyse statistique des valeurs de dureté mesurées.

La figure IV.32 prise en AFM illustre un exemple de quelques empreintes dans la matrice au voisinage d'un joint de grains et de quelques particules TCP (qui ressortent de couleur foncée en AFM du fait du très léger relief induit par le polissage mécano-chimique). D'après la figure IV.32, plusieurs empreintes relèvent des valeurs de dureté légèrement inférieures à la valeur moyenne de celle de la matrice à cœur de grains (6,7 GPa). Cependant, deux empreintes illustrées en jaune sur la figure renvoient des valeurs de dureté supérieures à 8 GPa. Après analyse de toutes les empreintes d'intérêt de ce réseau, aucune tendance des mesures de dureté de la matrice au voisinage des joints de grains/TCP ne peut être dressée.

À l'aide de cette seule cartographie, cette méthode ne permet pas de valider clairement le scénario mettant en jeu l'adoucissement généralisé de la matrice suite au sur-vieillissement. La majeure difficulté de cette méthode vient des très faibles échelles mises en jeu.

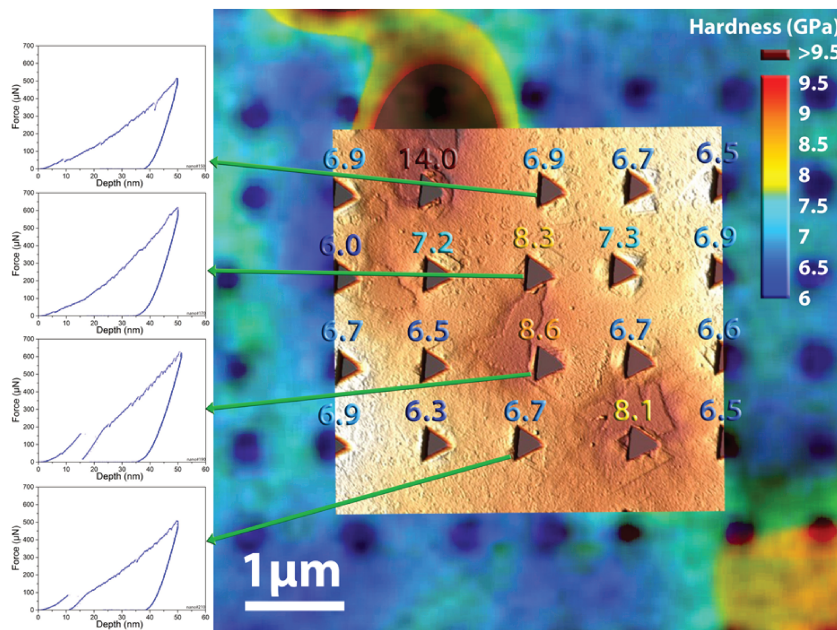


Figure IV.32 – Analyse statistique des valeurs de dureté mesurées.

En conclusion, les particules TCP impactent de manière indirecte les mécanismes de déformation et d'endommagement du René 65 en fluage à 700°C en appauvrissant la matrice en éléments durcissants, ce qui augmente la mobilité des dislocations localement au niveau des joints de grains et des précipités γ'_1 . La diffusion de molybdène de la matrice vers les joints de grains au cours du sur-vieillissement à 800°C ne fait que renforcer ce phénomène d'adoucissement de la matrice. C'est pourquoi, les vitesses minimales de déformation macroscopique à 700°C sont plus élevées dans les états sur-vieillis (Figure IV.33.a), et que le nombre de cycles à rupture en fatigue-temps de maintien est d'autant plus faible que le temps de maintien est long (Figure IV.33.b). Ces effets sont d'autant plus marqués que la fraction de joints de grains est élevée, c'est-à-dire pour les microstructures "à grains fins".

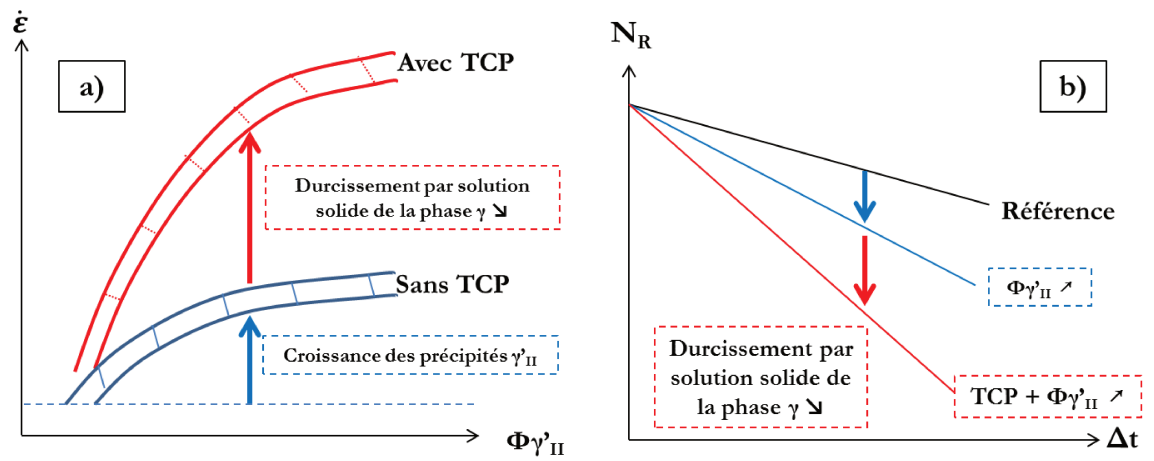


Figure IV.33 – Impact de l'appauvrissement de la matrice en éléments durcissants de solution solide sur (a) le comportement viscoplastique et (b) la durabilité du René 65 à 700°C.

BIBLIOGRAPHIE

- BILLOT, T. (2010). *Comportement et endommagement en fatigue et fatigue fluage à haute température de différents états microstructuraux du superalliage base nickel Udimet 720*. Thèse de doctorat, LMPM, ISAE-ENSMA.
- CADEL, E., LEMARCHAND, D., CHAMBRELAND, S. et BLAVETTE, D. (2002). Atom probe tomography investigation of the microstructure of superalloy N18. *Acta Materialia*, 50(5):957–966.
- CHENG, K., JO, C., JIN, T. et HU, Z. (2010). Influence of applied stress on the gamma prime directional coarsening in a single crystal superalloy. *Materials and Design*, 31(2):968–971.
- FLAGEOLET, B. (2005). *Effet du vieillissement du superalliage base nickel N18 pour disques de turbines sur sa durabilité en fatigue et fatigue-fluage à 700C*. Thèse de doctorat, LMPM, Université de Poitiers.
- LARROUY, B., VILLECHAISE, P., CORMIER, J. et BERTEAUX, O. (2015). Grain boundary-slip bands interactions : Impact on the fatigue crack initiation in a polycrystalline forged Ni-based superalloy. *Acta Materialia*, 99:325–336.
- MIAO, J., POLLOCK, T. M. et WAYNE JONES, J. (2009). Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy René 88DT at elevated temperature. *Acta Materialia*, 57: 5964–5974.
- MIAO, J., POLLOCK, T. M. et WAYNE JONES, J. (2012). Microstructural extremes and the transition from fatigue crack initiation to small crack growth in a polycrystalline nickel base superalloy. *Acta Materialia*, 60:2840–2854.
- MILLER, M., BABU, S. et VITEK, J. (2007). Stability of gamma prime precipitates in a PWA1480 alloy. *Intermetallics*, 15(5-6):757–766.
- MINEUR, M., VILLECHAISE, P. et MENDEZ, J. (2000). Influence of the crystalline texture on the fatigue behavior of a 316L austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, 286:257–268.

- RAE, C. et REED, R. (2001). The precipitation of topologically closenpacked phases in rhenium containing superalloys. *Acta Materialia*, 49:4113–4125.
- RAE, C. M. F., HOOK, M. S. et REED, R. C. (2005). The effect of TCP morphology on the development of aluminide coated superalloys. *Materials Science and Engineering A*, 396: 231–239.
- RAUJOL, S., PETTINARI, F., LOCQ, D., CARON, P., COUJOU, A. et CLÉMENT, N. (2004). Creep straining micro mechanisms in a powder metallurgical nickel based superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 387:678–682.
- SIMONETTI, S. et CARON, P. (1998). Role and behaviour of mu phase during deformation of a nickel base single crystal superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 254:1–12.
- SINGH, A., NAG, S., CHATTOPADHYAY, S., REN, Y., TILEY, J., VISWANATHAN, G., FRASER, H. et BANERJEE, R. (2013). Mechanisms related to different generations of gamma prime precipitation during continuous cooling of a nickel base superalloy. *Acta Materialia*, 61:280–293.
- SOULA, A. (2008). *Etude de la déformation intergranulaire au cours du fluage à haute température d'un superalliage base nickel polycristallin*. Thèse de doctorat, Institut Polytechnique de Grenoble.
- STEIN, C., CERRONE, A., OZTURK, T., LEE, S., KENESEI, P., TUCKER, H., POKHAREL, R., LIND, J., HEFFERAN, C., SUTER, R., INGRAFFEA, A. et ROLLETT, A. (2014). Fatigue crack initiation, slip localization and twin boundaries in a nickel-based superalloy. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 18(4):244–252.
- STINVILLE, J., LENTHE, W., MIAO, J. et POLLOCK, T. (2015). A combined grain scale elastic-plastic criterion for identification of fatigue crack initiation sites in a twin containing polycrystalline nickel-base superalloy. *Acta Materialia*, 103:461–473.
- SUGUI, T., MINGGANG, W., TANG, L., BENJIANG, Q. et JUN, X. (2010). Influence of TCP phase and its morphology on creep properties of single crystal nickel based superalloys. *Materials Science and Engineering A*, 527:5444–5451.
- TABOADA MICHEL, H., SASAKI REDA, L., EFFGEN SANTOS, G., CORMIER, J., VILLECHAISE, P., HAMON, F., BOCHER, P., TEXIER, D., DUMONT, C., GEORGES, E., BRIDIER, F. et DEVAUX, A. (2016). Mechanical properties of cast & wrought hybrid disks. In *Proceedings of the 13th International Symposium on Superalloys*, Seven Springs, PA, USA. TMS (Accepted for publication).
- TAWANCY, H. (1996). Precipitation characteristics of mu phase in wrought nickel base alloys and its effect on their properties. *Journal of Materials Science*, 15:3929–3936.
- TIEN, J. et COPLEY, S. (1971). The effect of orientation and sense of applied uniaxial stress on the morphology of coherent gamma prime precipitates in stress annealed nickel base superalloy crystals. *Metallurgical Transactions*, 2:543–553.
- UNOCIC, R. R., VISWANATHAN, G. B., SAROSI, P. M., KARTHIKEYAN, S., LI, J. et MILLS, M. J. (2008). Mechanisms of creep deformation in polycrystalline Ni-base disk superalloys. *Materials Science and Engineering A*, 483-484:25–32.

- UR REHMAN, H., DURST, K., NEUMEIER, S., PARSA, A., KOSTKA, A., EGGELER, G. et GÖKEN, M. (2015). Nanoindentation studies of the mechanical properties of the μ phase in a creep deformed Re containing nickel based superalloy. *Materials Science and Engineering : A*, 634:202–208.
- WANG, D., ZHANG, J. et HOU, L. (2010). On the role of μ phase during high temperature creep of a second generation directionally solidified superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 527:5161–5166.
- YANG, J., ZHENG, Q., SUN, X., GUAN, H. et HU, Z. (2006). Formation of μ phase during thermal exposure and its effect on the properties of K465 superalloy. *Scripta Materialia*, 55:331–334.
- ZHOU, L., LUPINC, V. et GUO, J. (2001). Evolution of Microstructure and mechanical property during long term aging in Udimet 720Li. *Journal of Materials Science & Technology*, 17:633–637.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES GÉNÉRALES

Étudier l'impact du sur-vieillissement métallurgique sur le comportement et la durabilité du René 65 est primordial afin de s'assurer de la stabilité en température et sous contrainte de ce nouveau matériau. Cette étude s'est alors focalisée sur la compréhension des liens entre les évolutions microstructurales suite à divers sur-vieillissements thermiques et les propriétés mécaniques réellement vécues par les disques de turbine en service.

Par conséquent, les principaux résultats de cette étude sont synthétisés selon les deux axes suivants :

- L'impact du sur-vieillissement thermique sur la microstructure du René 65.
- L'impact des évolutions microstructurales suite au sur-vieillissement thermique sur les propriétés mécaniques à 700°C.

Afin de comprendre l'impact du sur-vieillissement thermique sur la microstructure du René 65, des traitements thermiques ont été réalisés de 700°C à 925°C sur des durées s'échelonnant entre 2 et 2000 heures. Ces sur-vieillissements thermiques ont permis de mettre en évidence deux évolutions microstructurales majeures, à savoir la croissance des précipités γ'_{II} intragranulaires et la précipitation de particules inter-métalliques aux joints de grains et autour des précipités γ'_I intergranulaires.

Grâce aux observations au MEB-FEG et aux analyses d'images quantitatives mises en œuvre, il s'avère que la croissance des précipités γ'_{II} suit une croissance de type LSW sur de longues durées jusqu'à 800°C, qui prédit une évolution du rayon des particules en $t^{1/3}$. Pour des températures plus élevées, une déviation à la loi LSW est observée au cours du sur-vieillissement. De plus, non seulement la fraction des particules inter-métalliques a été mesurée en fonction de chaque sur-vieillissement thermique appliqué mais aussi un diagramme Temps-Température-Transformation de ces particules a été dressé.

À partir de ces résultats expérimentaux, des traitements thermiques ont été choisis pour la suite de l'étude. Ces choix ont portés sur un traitement thermique long de 4000 heures à 700°C afin de simuler des conditions de vol en régime de croisière du disque de turbine, et des traitements thermiques de 24 à 2000 heures à 800°C pour simuler l'effet des transitoires thermiques lors de phases de décollage ou de type OEI, et faire varier la fraction des particules inter-métalliques. Après analyses en microscopie en transmission et par EDS, il s'avère que les particules précipitant suite à ces sur-vieillissements thermiques sont des phases TCP, de type σ et μ .

La compréhension des relations entre ces deux évolutions microstructurales suite aux sur-vieillissements thermiques choisis et les propriétés mécaniques du René 65 en traction, fluage et fatigue-temps de maintien à 700°C a constituée la majeure partie de ce travail. Ces deux évolutions microstructurales apparaissant toutes deux au cours du sur-vieillissement, la difficulté de ces travaux de thèse a donc été de dissocier ces deux phénomènes. En effet, si l'impact de la croissance des précipités γ' intragranulaires sur les propriétés mécaniques en général est un phénomène connu, l'impact des particules TCP suscite encore des interrogations. Cette étape de dissociation fût alors primordiale. Cette dernière a été réalisée en

mettant en place une méthodologie expérimentale originale, basée sur les connaissances acquises précédemment sur les relations entre les traitements thermiques (mise en solution et revenu) et la microstructure de l'alliage. Cette méthode consiste à tester mécaniquement deux microstructures équivalentes en termes de taille de grains et de précipités γ'_{II} , mais avec seulement une des deux microstructures contenant des particules TCP aux joints de grains.

De plus, des microstructures "académiques" ont également été réalisées au laboratoire afin de mettre en exergue l'impact de la précipitation intragranulaire sur les propriétés mécaniques. Ces microstructures ont été obtenues notamment en contrôlant la vitesse de refroidissement post mise en solution.

La croissance des précipités γ' intragranulaires impacte le comportement viscoplastique et la durabilité de l'alliage. En effet, plus les précipités grossissent, plus la vitesse minimale de fluage et l'allongement à rupture augmentent, conduisant à un temps à rupture plus faible. De plus, l'observation des faciès de rupture des éprouvettes académiques a montré que plus la précipitation intragranulaire est fine et homogène dans les grains, plus l'endommagement devient intergranulaire.

Grâce à la méthode mise en place pour isoler l'impact de la précipitation de particules TCP sur les propriétés mécaniques, il a été mis en évidence que la présence de ces dernières aux joints de grains (après les sur-vieillissements à 800°C) affecte non seulement la durabilité de l'alliage mais aussi le comportement viscoplastique à 700°C. En effet, les sur-vieillissements réalisés à 800°C conduisent à un abatement de la durée de vie, à une augmentation immédiate de la vitesse de déformation et de l'allongement à rupture. Cet abatement est d'autant plus marqué que la fraction des particules TCP est grande et que le temps à contrainte maximale est long en fatigue-temps de maintien. De plus, l'observation des fûts d'éprouvettes a révélé la présence d'un grand nombre de décohésions au niveau des interfaces précipités γ' /matrice et de fissures secondaires intergranulaires.

Ces derniers résultats soulignent objectivement que la présence de particules TCP affecte le comportement viscoplastique du matériau, ce qui n'a jamais été reporté dans la littérature jusqu'à présent. C'est pourquoi les travaux ont ensuite été dirigés vers une compréhension plus fine du rôle des particules TCP vis-à-vis des mécanismes de déformation et d'endommagement. Des analyses en microscopie en transmission et en EDS atomique ont permis d'aboutir à la conclusion que l'abatement additionnel des propriétés mécaniques en fluage et en fatigue-temps de maintien à 700°C des états sur-vieillis est finalement une conséquence de la nucléation des particules TCP et de la ségrégation de molybdène aux joints de grains. En effet, ces deux processus conduisent à une diminution de la concentration en éléments durcissants de la matrice (Mo, W, Cr), ce qui l'adoucissent localement sur une certaine épaisseur le long des joints de grains.

En complément de cette étude, deux outils peuvent être principalement envisagés. Le premier serait de réaliser des cartographies de nano-indentation à proximité des joints de grains et des particules TCP afin de mesurer s'il existe un gradient de dureté de la matrice entre un joint de grains décoré de particules TCP et à cœur de grain. Cela consisterait ainsi à polir avec le minimum de rugosité possible un échantillon sur-vieilli contenant une grande fraction de particules TCP. Le volume de matrice adoucie dans un grain étant probablement faible, cela signifie que cette technique doit être appliquée au maximum de sa résolution.

Le second outil consisterait à réaliser des analyses en microscopie en transmission *in-situ* à 700°C afin d'observer un gradient de vitesse de déplacement des dislocations au voisinage des particules TCP.

Dans tous les cas, cette étude montre les conséquences néfastes du sur-vieillissement thermo-mécanique du René 65 pour des températures d'exposition au-delà de 800°C. Ces travaux de thèse peuvent servir à alimenter des lois de comportement/endommagement permettant de prédire la durabilité à long terme du René 65. Il conviendrait de compléter cette étude avec des essais mécaniques réalisés en environnement oxydant et en fissuration afin de prendre en compte d'autres couplages souvent responsables d'un abattement des propriétés mécaniques des superalliages. En particulier, une étude fine des mécanismes d'oxydation de l'alliage en fonction de la microstructure (taille de grains, état de précipitation) et des conditions de chargement ou d'environnement serait nécessaire afin de mieux caractériser la durabilité à long terme de cet alliage pour les applications visées.

Annexes

ANNEXE

— A —

TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES :
DE LA PRÉPARATION DES
ÉCHANTILLONS ET DES
OBSERVATIONS AU TRAITEMENT
D'IMAGES

A.1 Préparation des échantillons et des éprouvettes

Afin de quantifier les tailles, les fractions et les distances inter-précipités, ainsi que les tailles et fractions des particules TCP, les échantillons plans* ont été polis mécaniquement au papier SiC puis au spray diamanté jusqu'au grade de 1 μm . Un polissage électrolytique a été réalisé ensuite dans le but de polir la couche superficielle écrouie lors du polissage mécanique précédent. Enfin, une attaque chimique à l'eau régale (30 %vol HNO_3 + 70 %vol HCl) a été réalisée sur une partie de la surface de l'échantillon polie électrolytiquement. Cette attaque chimique permet de révéler la structure de précipitation, par dissolution des précipités γ' . En fonction des différents états de la matière, ces attaques chimiques durent entre 3 et 10 secondes. Un critère visuel permet de déterminer lorsque l'attaque a lieu : des bulles se forment et très souvent ce phénomène s'accompagne d'une coloration en surface.

**NB : Les échantillons plans font référence à ceux issus du barreau par exemple, ou aux demi-éprouvettes rompues après essais. Ces dernières ont été préalablement coupées dans le sens de la longueur.*

Les éprouvettes cylindriques ont été, quant à elles, polies au papier SiC jusqu'au grade x4000 pour les essais de fluage et de traction et jusqu'au grade de 1 μm pour les essais de fatigue et fatigue-temps de maintien.

Les échantillons analysés par EBSD ont été préalablement polis mécaniquement jusqu'au grade de 1 μm avant de subir le même polissage électrolytique réalisé sur tous les échantillons de cette étude.

L'échantillon utilisé pour la nano-indentation a été poli mécaniquement au papier SiC jusqu'au grade de 3 μm sur un porte échantillon fixe jusqu'à complète disparition des rayures précédentes. Ensuite il a été poli au grade de 1 μm sur un porte échantillon rotatif avant un polissage final à l'OPA (1h30) puis à l'OPA-n (10min). Les solutions d'OPA (suspension acide à l'alumine) et OPA-n (suspension au pH neutre) se sont révélées être plus adaptées au polissage de ce matériau que la silice colloïdale OPS.

A.2 Observations des échantillons/éprouvettes par microscopie électronique à balayage

De part la finesse des précipités γ' et des particules TCP, les échantillons ont été observés au microscope électronique à balayage équipé d'un canon à émission de champ MEB-FEG JEOL 7000F sous une tension de 25kV. Chaque échantillon est systématiquement observé en mode électron rétrodiffusés (BSE) sur la surface polie électrolytiquement et en mode électrons secondaires (SEI) sur la surface polie à l'eau régale à différents grossissements allant de x 500 à x 100 000 (SEI) ou x 10 000 (BSE). Ces deux modes permettent de capter les électrons rétrodiffusés et secondaires ré-émis suite aux interactions rayonnement-matière.

Une dizaine d'images par échantillon ont été systématiquement prises dans les zones à gros grains et à grains fins, ce qui comptabilise entre 5000 et 20000 particules analysées. Les images sélectionnées selon leurs grossissements et leurs modes d'observation pour la quantification de différents paramètres sont résumées dans le tableau A.1.

Mode	Grossissement	Surface polie	Observations	Tailles (nm)
SEI	x1000 à x2000	Eau régale	γ'_I	$200 < \phi < 5000$
SEI	x25000 à x50000	Eau régale	γ'_{II}	$20 < \phi < 400$
SEI	x100000	Eau régale	γ'_{II}	$5 < \phi < 40$
SEI	x100000	Eau régale	γ'_{III}	$5 < \phi < 25$
BSE	x 1000 à x5000	Electrolytique	TCP	

Tableau A.1 – Images sélectionnées pour la quantification de la précipitation γ' et des TCP

Les faciès de rupture ainsi que les fûts des éprouvettes cylindriques ont été observés au MEB conventionnel JEOL 6400 sous une tension de 25kV. Les observations en mode SEI et BSE ont été réalisées avec un courant de sonde de 10^{-9} A et de 10^{-8} A respectivement.

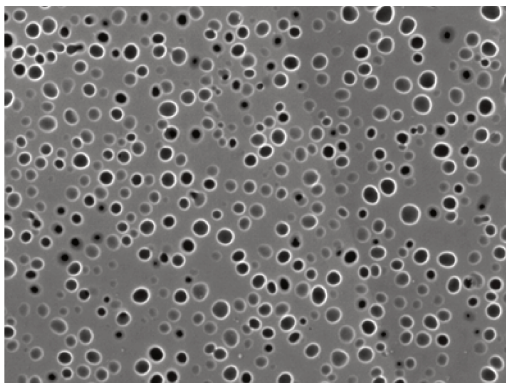
Afin de quantifier la taille des grains ainsi que le niveau de texture cristallographique des zones à grains fins dans l'état de référence du barreau, les cartographies EBSD ont été réalisées sur un MEB conventionnel 6100 équipé d'un module EBSD (au laboratoire Pprime), sous une tension de 25kV.

Les états pilon, vieilli 500h/800°C et traité 1080°C/4h et refroidi 50°C/min ont été observés au CEMEF dans un MEB-FEG ZEISS SUPRA 40 équipé d'un module EDS/EBSD QUANTAX, sous une tension de 10kV. Les cartographies réalisées ont permis d'extraire la distribution en taille des précipités γ'_I de celle des grains dans chaque échantillon. Elles ont été réalisées avec un pas de 0,19 μ m, et font 1000 x 750 pixels.

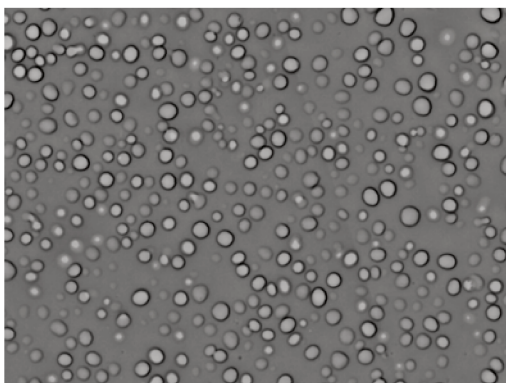
A.3 Quantification de la précipitation des γ' et des TCP par analyse d'images

La quantification des distributions en tailles, des fractions et des distances inter-précipités γ' est basée sur l'analyse d'images obtenues au MEB-FEG à l'aide du logiciel Visilog®. Ces analyses ont ainsi été réalisées sur plusieurs images prises en différents points afin d'obtenir des mesures statistiquement correctes (entre 5000 et 20 000 particules). L'image d'entrée obtenue au MEG-FEG est une image en niveau de gris. Or, les fonctions d'analyse Visilog ne fonctionnent que sur une image binarisée. C'est pourquoi, la quantification de la précipitation intragranulaire se décompose en une succession d'étapes dont les principales sont détaillées ci-après.

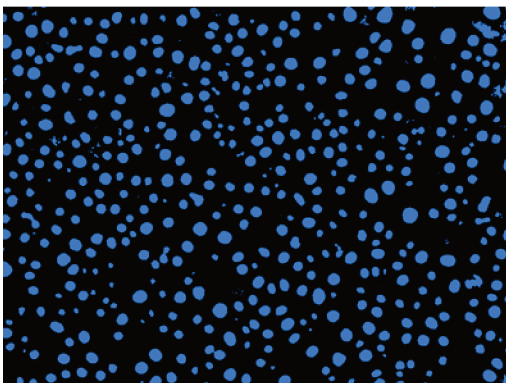
À partir de l'étape 5, il est possible d'extraire la fraction surfacique de précipités en ra-



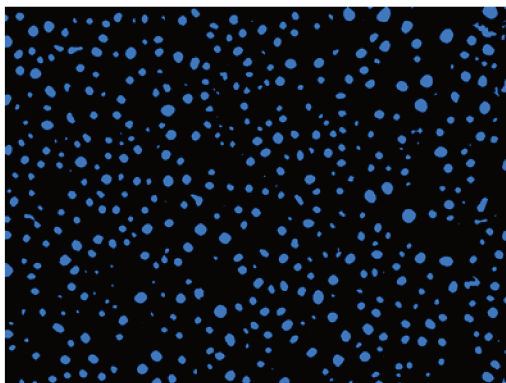
Étape 1 :
Sélection de l'image prise au MEB-FEG
au grandissement souhaité (sans la data
barre)



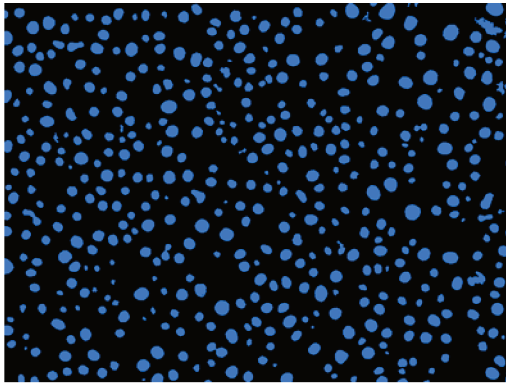
Étape 2 :
Inversion des contrastes + lissage du
fond de l'image et des contrastes permet
de diminuer les défauts dans la matrice



Étape 3 :
Segmentation à l'aide d'un seuillage
manuel. Obtention d'une image binaire
brute comportant des défauts de
seuillage



Étape 4 :
Érosion des défauts de seuillage qui
permet de préciser le contour des
précipités et de supprimer les petits
défauts de seuillage qui pourraient être
pris à tort pour de fins γ'



Étape 5 :
Reconstruction homothétique permet de combler l'espace non détecté au sein d'un précipité détecté + séparation des particules si les précipités se touchent après reconstruction.
Obtention d'une image binaire.



Étape 6 :
Obtention d'une image binaire reconstituée qui attribue à chaque précipité une couleur. Analyses pour le calcul de la taille moyenne et la fraction des particules à partir de ce type d'images

menant le nombre de pixels des précipités au nombre total de pixels de l'image. Puis, afin d'obtenir les tailles des précipités, il est nécessaire de ne prendre en compte que ceux présents entièrement sur l'image. L'application d'une fonction appelée "border kill" supprime les particules coupées par les bords de l'image.

Chaque précipité est alors identifié avec un code couleur (image de l'étape 6). Le logiciel d'analyse d'images extrait alors un tableau résumant leurs caractéristiques géométriques (taille, aire, périmètre, diamètre équivalent à un cercle).

Il est alors possible d'établir des distributions en taille des précipités sous forme d'histogramme, comme le montre la figure A.1.

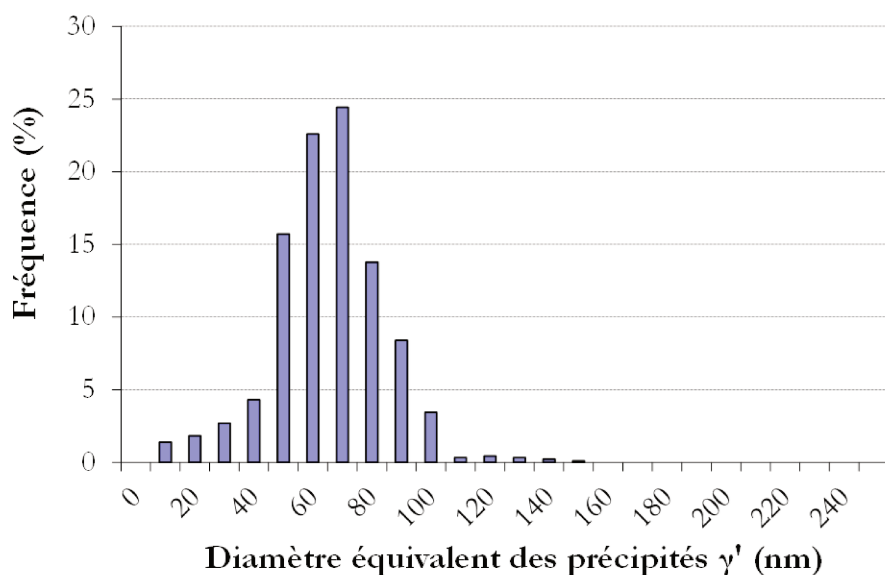


Figure A.1 – Exemple d’histogramme de la fréquence en taille des précipités γ' (matière issue du barreau).

Ensuite, chaque distribution en taille des précipités est caractérisée par une fonction Log-normale, dont les paramètres (diamètre moyen, aire, et largeur) sont identifiés à l’aide du logiciel Origin® (Figure A.2) d’après l’équation suivante :

$$f(A, W, x_c) = \frac{AWp}{\sqrt{2\pi}} \cdot \exp \left(\frac{-\left(\ln \frac{p}{x_c} \right)^2}{2W^2} \right) \quad (\text{A.1})$$

Avec A aire de la distribution, W l’écart -type et x_c le diamètre moyen des précipités, et p le pas de la distribution.

Si la précipitation intragranulaire étudiée est multimodale, ce logiciel permet d’obtenir les fonctions log-normales de chaque distribution de précipités γ' .

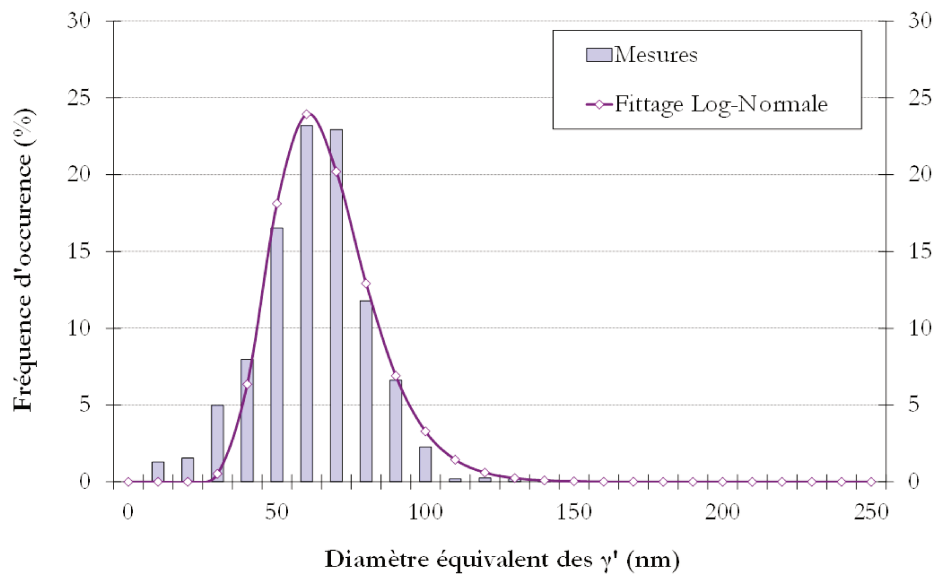


Figure A.2 – Exemple de caractérisation de la distribution en taille des précipités intragranulaires avec une loi Log-normale.

À partir de l'image binarisée précédente (Étape 6), il est possible de déterminer la distance moyenne inter-précipités. L'évaluation de ce paramètre prend toute son importance lorsqu'il s'agit d'analyser les mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations au sein d'un échantillon. La quantification de ce paramètre se déroule selon les étapes suivantes :

- Dans un premier temps, la cartographie des distances inter-précipités est établie. Chaque pixel est associé à une couleur qui correspond à la distance au plus proche précipité. Ainsi des iso-courbes de distance sont obtenues (Figure A.3.a).
- Dans un second temps, le squelette de la matrice est déterminé en obtenant une image binaire composée de pixels situés à égale distance des précipités les plus proches. À cette image binarisée sont ensuite retirés les points triples pour obtenir un segment entre chaque précipité (Figure A.3.b).
- Enfin, les deux informations ci-dessus sont couplées. Une couleur, représentative d'une distance minimale entre deux précipités, est alors attribuée à chaque pixel du squelette. La valeur associée, multipliée par deux, fournit la distance inter-précipités.

Les valeurs de chaque segment sont renvoyées vers un tableau, permettant d'obtenir la valeur moyenne des distances inter-précipités en concaténant les données.

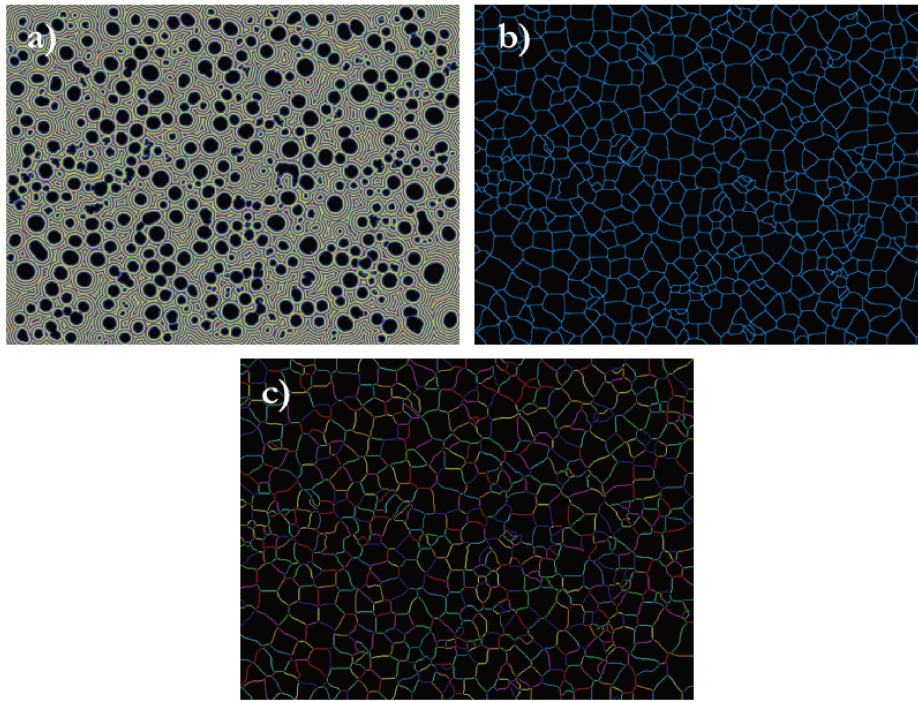


Figure A.3 – Quantification de la distance inter-précipités avec (a) cartographie des courbes d'iso-distance entre les précipités, (b) squelette d'équi-distance entre les précipités voisins et (c) mesure des distances inter-précipités.

ANNEXE

— B —

ESSAIS MÉCANIQUES
COMPLÉMENTAIRES

B.1 Essais mécaniques sur la matière traitée *supersolvus*

Les essais sur la matière *supersolvus* ont essentiellement été réalisés pour comprendre le rôle des joints de grains et des particules précipitant au cours du vieillissement sur les propriétés en fluage à 700°C (cf Chapitre IV, section IV.5).

B.1.1 Essais de fluage à 700°C

Des essais de fluage ont été réalisés sur de la matière traitée *supersolvus* afin de :

- déterminer si la taille de grain est un facteur aussi influant que la précipitation intragranulaire sur les propriétés en fluage à 700°C/800MPa
- mettre en exergue le rôle des joints de grains vis-à-vis de la déformation.

Ainsi, trois ébauches issues du disque brut de forge ont été traitées 1120°C pendant 4h suivi par des trempes de 10°C/min, 357°C/min (trempe à l'air) et 7123°C/min (trempe à l'huile) avant de subir un revenu de 760°C pendant 8h. De plus, une éprouvette trempée à l'air a ensuite été sur-vieillie 500 heures à 800°C pour observer l'impact du sur-vieillessement sur une microstructure "Gros Grains" (notée GG par la suite). Les tailles de grains obtenues suite à cette mise en solution *supersolvus* sont de l'ordre de 200 à 400 μm . Les courbes de fluage ainsi que les données relatives à ces essais à ces essais sont regroupées figure B.1 et dans le tableau B.1.

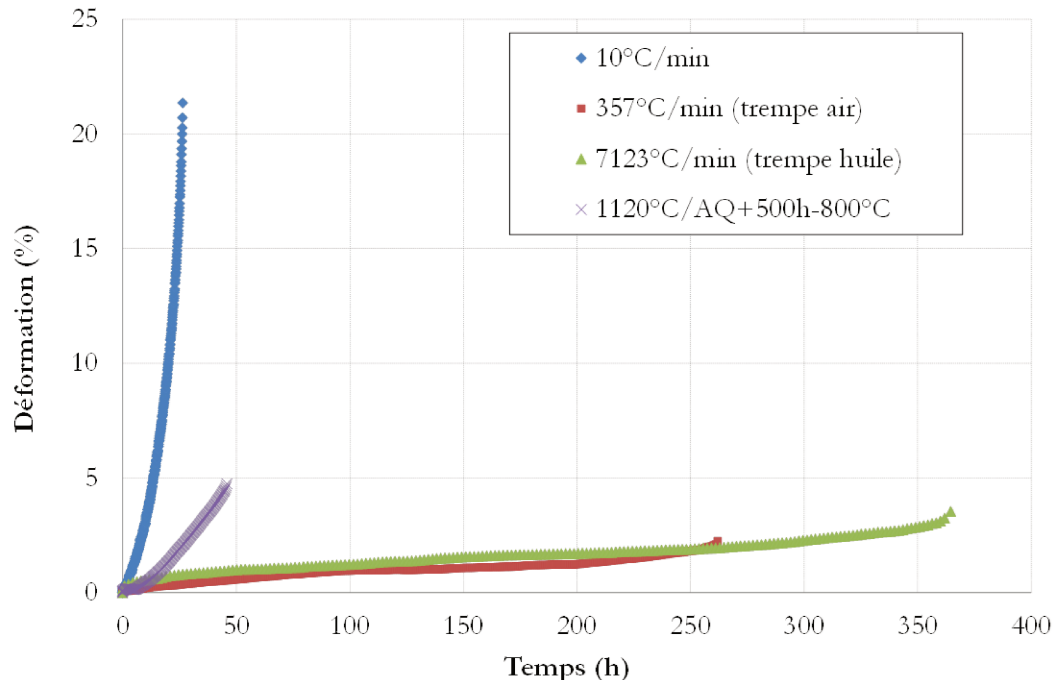


Figure B.1 – Courbes de fluage à 700°C/800MPa des éprouvettes traitées *supersolvus* et refroidies selon différentes vitesses de refroidissement

La figure B.1 confirme, une fois de plus, que la précipitation intragranulaire gouverne les propriétés en fluage à cette température d'essai [Thébaud *et al.*, 2015].

\dot{T}_c (°C/min)	Revenu	Vieillessement	t_R (h)	A%	$\dot{\epsilon}_{min}$ (s ⁻¹)
10°C/min	760°C/8h/AQ	-	27	21,4	$4,3 \cdot 10^{-7}$
357°C/min		-	262	2,2	$2,8 \cdot 10^{-8}$
7123°C/min		-	365	3,6	$1,4 \cdot 10^{-8}$
357°C/min		500h/800°C	46	4,8	$1,8 \cdot 10^{-7}$

Tableau B.1 – Données relatives aux essais de fluage sous air à 700°C/800MPa des états traités *supersolvus*

B.1.2 Essais de fatigue-temps de maintien à 700°C

Des essais de fatigue-temps de maintien ont également été réalisés sur trois éprouvettes traitées *supersolvus* 1120°C pendant 4 heures puis trempées à l'air. Ces éprouvettes ont subi ensuite un revenu de 800°C/4h/trempe air + 760°C/16h/ trempe air. Ce revenu est davantage adapté aux microstructures GG car le premier palier à 800°C sert à faciliter la précipitation de carbures et de borures aux joints de grains (ce qui permet de contrôler la taille de grain), et le second revenu a pour vocation de faire grossir les plus petits précipités intragranulaires [Zhou *et al.*, 2001].

Ainsi ces trois éprouvettes ont été testées à 700°C/850MPa selon trois temps de maintien à contrainte maximale différents. Les courbes et les données relatives à ces essais sont résumées Figure B.2 et tableau B.2.

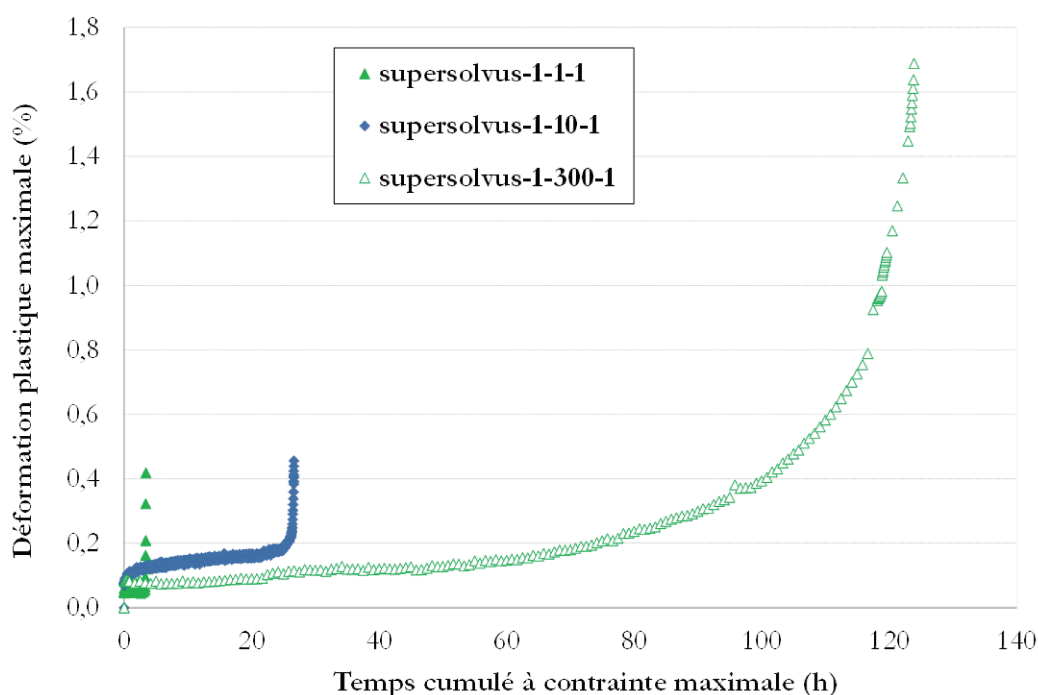


Figure B.2 – Courbes de fatigue-temps de maintien à 700°C/850MPa de l'état traité *supersolvus*

D'après la figure B.2, plus le temps de maintien à contrainte maximale Δt augmente, plus la durée de vie et l'allongement à rupture augmentent. Cette tendance est alors contraire à celle observée sur l'état de référence traité *subsolvus*. Cela met en évidence les fortes interactions

Δt (s)	N_R	t (h)	A%	$\dot{\epsilon}_{min}$ (s ⁻¹)
1	12286	3,4	0,4	$6,9.10^{-9}$
10	9543	26,5	0,46	$7,2.10^{-9}$
300	1426	118,8	1,7	$3,3.10^{-9}$

Tableau B.2 – Données relatives aux essais de fluage sous air à 700°C/800MPa des états traités *supersolvus*

entre les sollicitations de type fatigue et fluage. Il aurait été intéressant de comparer ces courbes avec une référence en fluage sur un état traité *supersolvus*, afin de savoir si la phase de décharge mécanique est bénéfique à la durée de vie du matériau par effet Bauehinger. En effet, il a déjà été observé sur l'AD730 que la durée de vie en fatigue-temps de maintien peut être supérieure à celle en fluage pur pour ces mêmes conditions de sollicitation [Thébaud *et al.*, 2015]. Une autre façon de mettre en évidence ce phénomène est de représenter le nombre de cycles à rupture en fonction du temps de maintien à contrainte maximale (Figure B.3). Ainsi, d'après la figure B.3, il se peut qu'il existe une condition de temps de maintien pour laquelle un changement des mécanismes de déformation opère. Il aurait été évidemment particulièrement intéressant de réaliser un essai sur la matière traitée *supersolvus* à un Δt d'au moins 3600s.

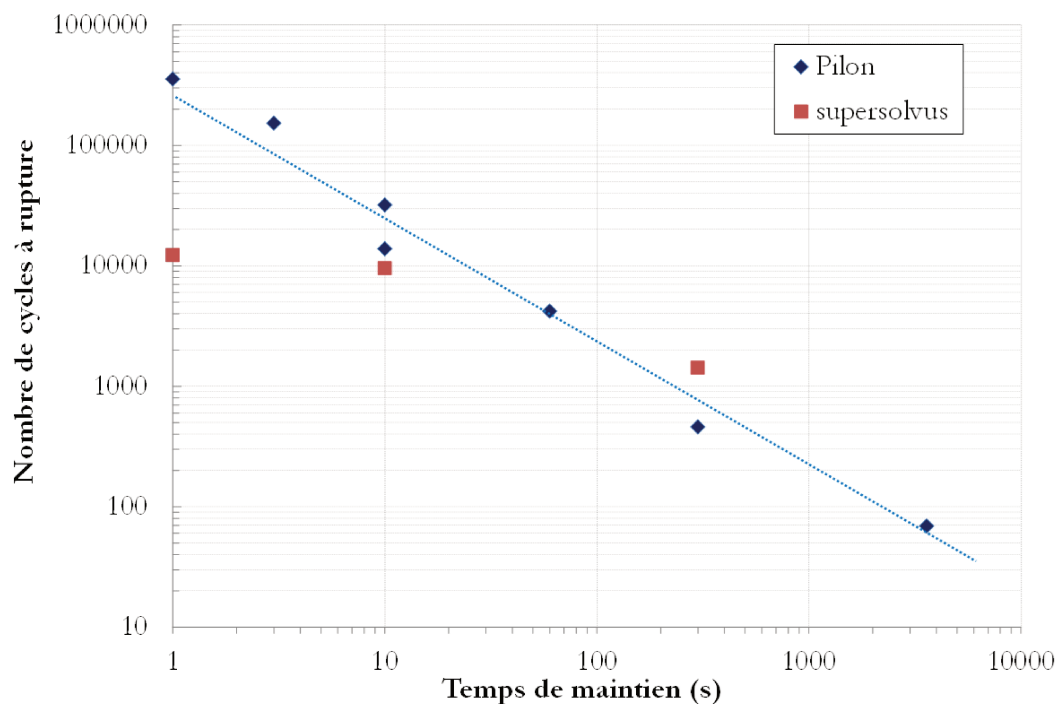


Figure B.3 – Impact de la taille de grain sur le nombre de cycles à rupture en fatigue-temps de maintien à 700°C/850MPa

De plus, d'après la Figure B.3, la microstructure GG présente une plus faible durabilité que la microstructure à GF pour de faibles temps de maintien (autrement dit la microstructure à GG est moins résistante en fatigue que celle à GF), ce qui est en accord avec la loi de Hall-Petch.

Bibliographie

ZHOU, L., LUPINC, V. et GUO, J. (2001). Evolution of microstructure and mechanical property during long term aging in Udimet 720Li. *Journal of Materials Science & Technology*, 17 :633-667

THEBAUD, L., VILLECHAISE, P., CORMIER, J., CROZET, C., FRANCHET, J-M. et ORGANISTA, A. (2015). Relationships between micstructural parameters and time-dependent mechanical properties of a new nickel-based superalloys AD730TM. *Metals*, 5 :2236-2251.

ANNEXE

— C —

SUR-VIEILLISSEMENTS
COMPLÉMENTAIRES

Dans le cadre d'une collaboration avec General Electric Aviation, des sur-vieillissements thermiques complémentaires à cette étude ont été réalisés notamment à plus hautes températures (Figure C.1).

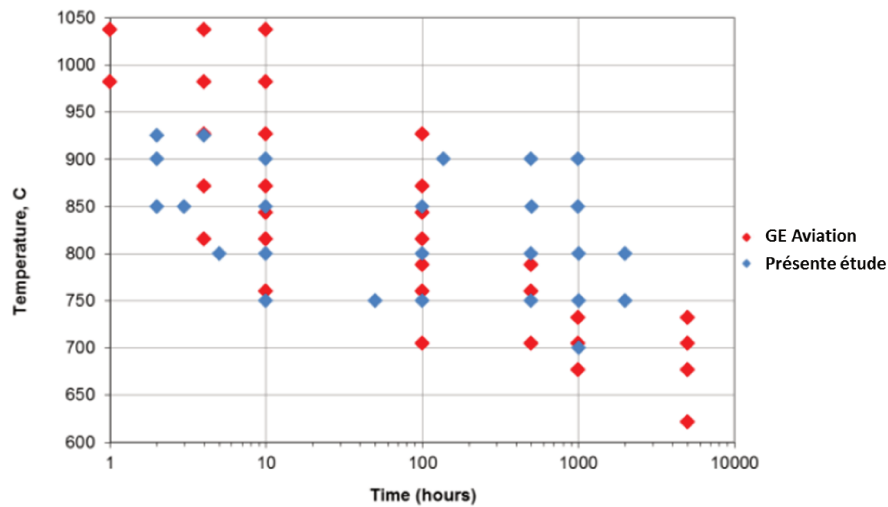


Figure C.1 – Sur-vieillissements réalisés par GE Aviation [Wessman *et al.*, 2016].

L'association de leurs observations et des résultats de la présente étude permettent de compléter le diagramme Temps-Température-Transformation du René 65 (Figure C.2), en prenant en compte notamment les différentes natures de particules qui précipitent aux joints de grains (phases TCP) ou à l'intérieur des grains (borures de type M_3B_2).

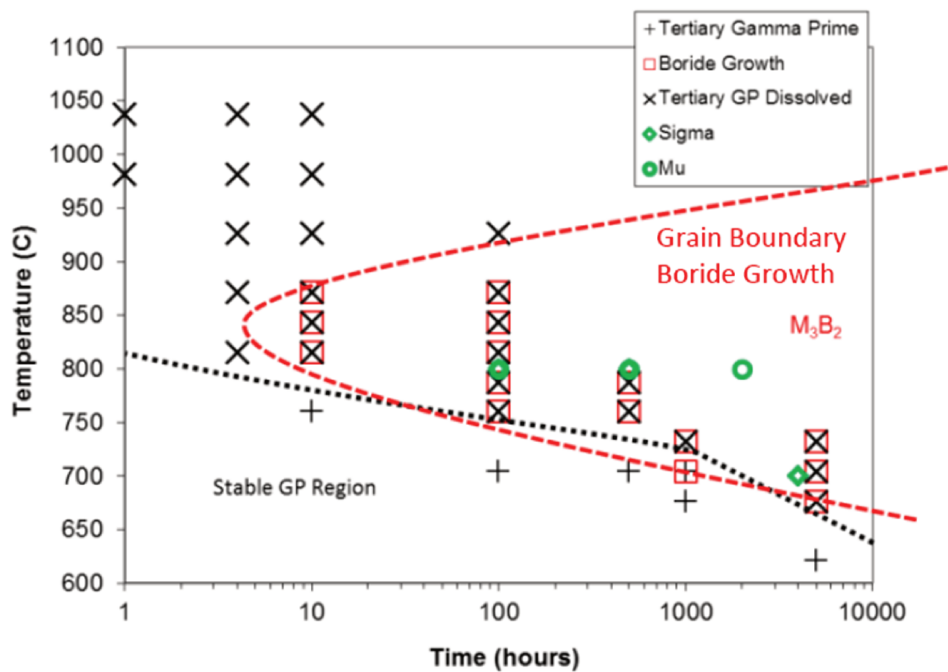


Figure C.2 – Diagramme TTT du René 65 établi conjointement avec GE Aviation [Wessman *et al.*, 2016].

Bibliographie

WESSMAN, A., LAURENCE, A., CORMIER, J., VILLECHAISE, P., BILLOT, T., FRANCHET, J-M. (2016). Thermal stability of cast and wrought alloy Rene 65. *In Proceedings of the 13th International conference of Superalloys*, Seven Spring, PA, USA, TMS (Accepted for publication).